

T H E S E

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE
L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET MEDICALE
DE GRENOBLE

pour obtenir

le grade de docteur en 3ème Cycle

par

Celson Diniz PEREIRA

Sujet : Dispositif expérimental pour l'étude des oscillations magnétothermiques.

Oscillations magnétothermiques dans le graphite.

Soutenue le 27 mai 1974, devant la Commission d'Examen

M. A. LACAZE Président

M. K. DRANSFELD

M. R. MAYNARD Examineurs

M. A. BRIGGS

Président : Monsieur Michel SOUTIF
Vice-Président : Monsieur Gabriel CAU

PROFESSEURS TITULAIRES

MM.	ANGLES D'AURIAC Paul	Mécanique des fluides
	ARNAUD Georges	Clinique des maladies infectieuses
	ARNAUD Paul	Chimie
	AUBERT Guy	Physique
	AYANT Yves	Physique approfondie
Mme	BARBIER Marie-Jeanne	Electrochimie
MM.	BARBIER Jean-Claude	Physique expérimentale
	BARBIER Reynold	Géologie appliquée
	BARJON Robert	Physique nucléaire
	BARNOUD Fernand	Biosynthèse de la cellulose
	BARRA Jean-René	Statistiques
	BARRIE Joseph	Clinique chirurgicale
	BEAUDOING André	Pédiatrie
	BENOIT Jean	Radioélectricité
	BERNARD Alain	Mathématiques Pures
Mme	BERTRANDIAS Françoise	Mathématiques Pures
MM.	BESSON Jean	Electrochimie
	BEZES Henri	Chirurgie générale
	BLAMBERT Maurice	Mathématiques Pures
	BOLLIET Louis	Informatique (IUT B)
	BONNET Georges	Electrotechnique
	BONNET Jean-Louis	Clinique ophtalmologique
	BONNETAIN Lucien	Chimie minérale
	BONNET-EYMARD Joseph	Pathologie médicale
	BONNIER Etienne	Electrochimie Electrometallurgie
	BOUCHERLE André	Chimie et Toxicologie
	BOUCHEZ Robert	Physique nucléaire
	BOUSSARD Jean-Claude	Mathématiques Appliquées
	BRAVARD Yves	Géographie
	BRISSONNEAU Pierre	Physique du Solide
	BUYLE-BODIN Maurice	Electronique
	CABANAC Jean	Pathologie chirurgicale
	CABANEL Guy	Clinique rhumatologique et hydrologie
	CALAS François	Anatomie
	CARRAZ Gilbert	Biologie animale et pharmacodynamie
	CAU Gabriel	Médecine légale et Toxicologie
	CAUQUIS Georges	Chimie organique
	CHABAUTY Claude	Mathématiques Pures
	CHARACHON Robert	Oto-Rhino-Laryngologie
	CHATEAU Robert	Thérapeutique
	CHENE Marcel	Chimie papetière
	CHIBON Pierre	Biologie animale
	COEUR André	Pharmacie chimique
	CONTAMIN Robert	Clinique gynécologique
	COUDERC Pierre	Anatomie Pathologique
	COUMES André	Radioélectricité
	CRAYA Antoine	Mécanique
Mme	DEBELMAS Anne-Marie	Matière médicale
MM.	DEBELMAS Jacques	Géologie générale
	DEGRANGE Charles	Zoologie
	DEPORTES Charles	Chimie minérale
	DESRE Pierre	Métallurgie
	DESSAUX Georges	Physiologie animale

MM.	DODU Jacques	Mécanique appliquée
	DOLIQUE Jean-Michel	Physique des plasmas
	DREYFUS Bernard	Thermodynamique
	DUCROS Pierre	Cristallographie
	DUGOIS Pierre	Clinique de Dermatologie et Syphillographie
	FAU René	Clinique neuro-psychiatrique
	FELICI Noël	Electrostatique
	GAGNAIRE Didier	Chimie physique
	GALLISSOT François	Mathématiques Pures
	GALVANI Octave	Mathématiques Pures
	GASTINEL Noël	Analyse numérique
	GAVEND Michel	Pharmacologie
	GEINDRE Michel	Electroradiologie
	GERBER Robert	Mathématiques Pures
	GERMAIN Jean-Pierre	Mécanique
	GIRAUD Pierre	Géologie
	KAHANE André	Physique générale
	KLEIN Joseph	Mathématiques Pures
	KOSZUL Jean-Louis	Mathématiques Pures
	KRAVCHENKO Julien	Mécanique
	KUNTZMANN Jean	Mathématiques Appliquées
	LACAZE Albert	Thermodynamique
	LACHARME Jean	Biologie végétale
	LAJZEROWICZ Joseph	Physique
	LATREILLE René	Chirurgie générale
	LATURAZE Jean	Biochimie pharmaceutique
	LAURENT Pierre	Mathématiques Appliquées
	LEDRU Jean	Clinique médicale B
	LLIBOUTRY Louis	Géophysique
	LONGUEUE Jean-Pierre	Physique nucléaire
	LOUP Jean	Géographie
Mlle	LUTZ Elisabeth	Mathématiques Pures
	MALGRANGE Bernard	Mathématiques Pures
	MALINAS Yves	Clinique obstétricale
	MARTIN-NOEL Pierre	Seméiologie médicale
	MAZARE Yves	Clinique médicale A
	MICHEL Robert	Minéralogie et Pétrographie
	MOURIQUAND Claude	Histologie
	MOUSSA André	Chimie nucléaire
	NEEL Louis	Physique du Solide
	OZENDA Paul	Botanique
	PAUTHENET René	Electrotechnique
	PAYAN Jean-Jacques	Mathématiques Pures
	PEBAY-PEYROULA Jean-Claude	Physique
	PERRET René	Servomécanismes
	RASSAT André	Chimie systématique
	RENARD Michel	Thermodynamique
	REULOS René	Physique Industrielle
	RINALDI Renaud	Physique
	ROGET Jean	Clinique de pédiatrie et de puériculture
	DE ROUGEMONT Jacques	Neurologie
	SANTON Lucien	Mécanique
	SEIGNEURIN Raymond	Microbiologie et Hygiène
	SENGEL Philippe	Zoologie
	SILBERT Robert	Mécanique des fluides
	SOUTIF Michel	Physique générale
	TANCHE Maurice	Physiologie
	TRAYNARD Philippe	Chimie générale
	VAILLANT François	Zoologie
	VALENTIN Jacques	Physique Nucléaire
	VAUQUOIS Bernard	Calcul électronique
Mme	VERAIN Alice	Pharmacie galénique
M.	VERAIN André	Physique
MM.	VEYRET Paul	Géographie
	VIGNAIS Pierre	Biochimie médicale
	YOCCOZ Jean	Physique nucléaire théorique

PROFESSEURS ASSOCIES

MM. CHEEKE John	Thermodynamique
GILLESPIE John	I.S.N.
ROKAFELLAR Ralph	Mathématiques appliquées
WOHLFARTH Erich	Physique du solide

PROFESSEURS SANS CHAIRE

MM. BELORIZKY Eite	Physique
BENZAKEN Claude	Mathématiques appliquées
BERTRANDIAS Jean-Paul	Mathématiques appliquées
BIAREZ Jean-Pierre	Mécanique
Mme BONNIER Jane	Chimie générale
MM. CARLIER Georges	Biologie végétale
COHEN Joseph	Electrotechnique
DEPASSEL Roger	Mécanique des Fluides
DURAND Francis	Métallurgie
GAUTHIER Yves	Sciences biologiques
GAUTRON René	Chimie
GIDON Paul	Géologie et Minéralogie
GLENAT René	Chimie organique
HACQUES Gérard	Calcul numérique
IDELMAN Simon	Physiologie animale
JANIN Bernard	Géographie
JOLY Jean-René	Mathématiques pures
JULLIEN Pierre	Mathématiques appliquées
Mme KAHANE Josette	Physique
MM. MAYNARD Roger	Physique du solide
MULLER Jean-Michel	Thérapeutique
PERRIAUX Jean-Jacques	Géologie et minéralogie
PFISTER Jean-Claude	Physique du solide
PIERY Yvette	Physiologie animale
POULOUJADOFF Michel	Electrotechnique
REBECQ Jacques	Biologie (CUS)
REVOL Michel	Urologie
REYMOND Jean-Charles	Chirurgie générale
ROBERT André	Chimie papetière
SARRAZIN Roger	Anatomie et chirurgie
SARROT-REYNAULD Jean	Géologie
SIBILLE Robert	Construction Mécanique
SIROT Louis	Chirurgie générale
Mme SOUTIF Jeanne	Physique générale
MM. VIALON Pierre	Géologie
VAN CUTSEM Bernard	Mathématiques appliquées
ZADWORNY François	Electronique

MAITRES DE CONFERENCES ET MAITRES DE CONFERENCES AGREGES

Mie AGNIUS-DELORD Claudine	Physique pharmaceutique
ALARY Josette	Chimie analytique
MM. AMBLARD Pierre	Dermatologie
AMBROISE-THOMAS Pierre	Parasitologie
ARMAND Yves	Chimie

MM.	BEGUIN Claude	Chimie organique
	BILLET Jean	Géographie
	BLIMAN Samuel	Electronique (EIE)
	BLOCH Daniel	Electrotechnique
Mme	BOUCHE Liane	Mathématiques (CUS)
MM.	BOUCHET Yves	Anatomie
	BOUVARD Maurice	Mécanique des Fluides
	BRODEAU François	Mathématiques (IUT B)
	BRUGEL Lucien	Energétique
	BUISSON Roger	Physique
	BUTEL Jean	Orthopédie
	CHAMBÁZ Edmond	Biochimie médicale
	CHAMPETIER Jean	Anatomie et organogénèse
	CHERADAME Hervé	Chimie papetière
	CHIAVERINA Jean	Biologie appliquée (EFP)
	COHEN-ADDAD Jean-Pierre	Spectrométrie physique
	COLOMB Maurice	Biochimie médicale
	CONTE René	Physique
	COULOMB Max	Radiologie
	CROUZET Guy	Radiologie
	CYROT Michel	Physique du solide
	DELOBEL Claude	M.I.A.G.
	DUSSAUD René	Mathématiques (CUS)
Mme	ETERRADOSSI Jacqueline	Physiologie
MM.	FAURE Jacques	Médecine légale
	FONTAINE Jean-Marc	Mathématiques Pures
	GENSAC Pierre	Botanique
	GIDON Maurice	Géologie
	GRIFFITHS Michaël	Mathématiques Appliquées
	GROULADE Joseph	Biochimie médicale
	GUITTON Jacques	Chimie
	HOLLARD Daniel	Hématologie
	HUGONOT Robert	Hygiène et Médecine préventive
	IVANES Marcel	Electricité
	JALBERT Pierre	Histologie
	JOUBERT Jean-Claude	Physique du Solide
	KRAKOWIAK Sacha	Mathématiques appliquées
	KUHN Gérard	Physique
	LACOUME Jean-Louis	Physique
Mme	LAJZEROWICZ Jeannine	Physique
MM.	LANCIA Roland	Physique atomique
	LE JUNTER Noël	Electronique
	LEROY Philippe	Mathématiques
	LOISEAUX Jean-Marie	Physique Nucléaire
	LUU DUC Cuong	Chimie Organique
	MACHE Régis	Physiologie végétale
	MAGNIN Robert	Hygiène et Médecine préventive
	MARÉCHAL Jean	Mécanique
	MARTIN-BOUYER Michel	Chimie (CUS)
	MICHOULIER Jean	Physique (I.U.T. "A")
	MICOUD Max	Maladies Infectieuses
	MOREAU René	Hydraulique (INP)
	NEGRE Robert	Mécanique
	PARAMELLE Bernard	Pneumologie
	PECCOUD François	Analyse (IUT B)
	PEFFEN René	Métallurgie
	PELMONT Jean	Physiologie animale
	PERRET Jean	Neurologie
	PERRIN Louis	Pathologie expérimentale
	PHÉLIP Xavier	Rhumatologie

MM. RACHAIL Michel	Médecine interne
RACINET Claude	Gynécologie et obstétrique
RAYNAUD Hervé	M.I.A.G.
RENAUD Maurice	Chimie
RICHARD Lucien	Botanique
Mme RINAUDO Marguerite	Chimie macromoléculaire
MM. ROMIER Guy	Mathématiques (IUT B)
SHOM Jean Claude	Chimie Générale
STIEGLITZ Paul	Anesthésiologie
STOEBNER Pierre	Anatomie pathologique
VEILLON Gérard	Mathématiques Appliquées (INP)
VOOG Robert	Médecine interne
VROUSSOS Constantin	Radiologie

MAITRES DE CONFERENCES ASSOCIES

MM. CRABLEE Pierre	C.E.R.M.O.
CURRIE Jan	Mathématiques appliquées
YACOUD Mahmoud	Médecine légale

CHARGES DE FONCTIONS DE MAITRES DE CONFERENCES

Mme BERIEL Hélène	Physiologie
Mme RENAUDET Jacqueline	Microbiologie

Fait le 1.10.73

REMERCIEMENTS

Je tiens, tout d'abord, à exprimer ma reconnaissance à Mr le Professeur Lacaze, qui m'a accueilli dans son laboratoire et a manifesté un intérêt bienveillant pour ce travail.

Je remercie également Mr Cheske, qui a bien voulu me prendre dans son groupe et m'a prodigué de très utiles conseils.

Je suis très reconnaissant envers Mr Dautreppe qui, dans un premier temps, a accepté d'être mon responsable à l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble.

Je voudrais que Mr Briggs, dont la patience et la compétence m'ont permis de mener cette étude à bonne fin, trouve ici l'expression de ma gratitude.

En outre, je remercie Mr Dransfeld et Mr Maynard qui ont gentiment accepté de faire partie du jury.

Je suis aussi reconnaissant envers Mr Jay-Gerin dont les suggestions ont été d'une grande importance dans l'orientation de ces recherches.

Je me dois de remercier Mr Eberhard qui s'est occupé avec beaucoup d'intérêt de l'analyse mathématique des résultats expérimentaux, ainsi que Mr Piché et Mr de Combarieu qui ont fourni les échantillons.

Que Mr Faure et Mr Bret, électroniciens, Mr Faure-Brac, Chef des services techniques et tous les techniciens, nombreux, que je ne peux nommer ici et qui ont participé avec bonne volonté et imagination à l'élaboration de ce travail, soient également remerciés.

J'exprime, enfin, ma gratitude envers le CNRS au sein duquel ces recherches ont été effectuées, ainsi qu'au Centre International des Stages qui a financé une partie de mon séjour.

INTRODUCTION

Le but de ce travail a été, dans un premier temps, de mettre au point un dispositif expérimental permettant d'étudier les oscillations magnétothermiques. A l'aide de cette appareillage nous avons, dans un deuxième temps, réalisé un certain nombre d'expériences pour tenter d'améliorer nos connaissances sur la surface de Fermi du graphite.

Dans le premier chapitre nous passons en revue divers résultats concernant quelques propriétés du graphite, ainsi que des aspects restant à éclaircir. Le deuxième chapitre traite des effets de quantifications sur les métaux (et similaires), en particulier les effets magnétothermiques.

Les deux chapitres suivants donnent une description de la construction du dispositif expérimental, de sa mise au point et des méthodes de mesure adoptées.

On trouvera, enfin, dans le dernier chapitre un exposé des résultats obtenus concernant le graphite, suivi d'une discussion.

TABLE DES MATIERES

<u>CHAPITRE I - La Surface de Fermi du graphite</u>	
1-1	Introduction 1
1-2	Travaux précédents 1
1-3	Les porteurs minoritaires 7
<u>CHAPITRE II - Les Oscillations Magnétothermiques et la Détermination de la Surface de Fermi</u>	
2-1	Généralités..... 10
2-2	A) Oscillations de L'énergie libre d'un Système d'Electrons..... 11
	B) Théorie de Lifshitz et Kosevitch..... 13
2-3	Oscillations Magnéto-Thermiques 16
<u>CHAPITRE III - Technique Expérimentale - Méthode Adiabatique</u>	
3-1	Introduction..... 20
3-2	L'ensemble du montage..... 20
3-3	Champ Magnétique 24
3-4	Méthode adiabatique - Réalisation..... 24
	A) Rotation de l'échantillon Premier Système 24
	B) Deuxième Système 26
	C) Mesure de température - Méthode directe 26
	D) Mesure de température - Méthode d'opposition..... 26
	E) Préparation des thermomètres..... 28
3-5	Essai avec un échantillon de Bi 30
3-6	Conclusion 32
<u>CHAPITRE IV - Méthode de Modulation</u>	
4-1	Principe 33
4-2	A) Généralités..... 37

B) Balayage du champ en 1/H.....	37
C) Constante de temps électronique	38
D) Essai	38
4-3 Rotation de l'échantillon.....	40
4-4 Etalonnage du système de mesure.....	40
4-5 Manipulation.....	46
4-6 Analyse.....	50

CHAPITRE V - Mesures sur des Echantillons de Graphite Pyroli-
tique

5-1 Propriétés et Préparation des Echantillons.....	52
A) Graphite Pyrolitique.....	52
B) Graphite Irradié aux Neutrons	53
Resultats et Discussion.....	54
GRAPHITE PYROLITIQUE.....	54
GRAPHITE IRRADIE.....	61
CONCLUSIONS.....	66

CHAPITRE I

LA SURFACE DE FERMI DU GRAPHITE

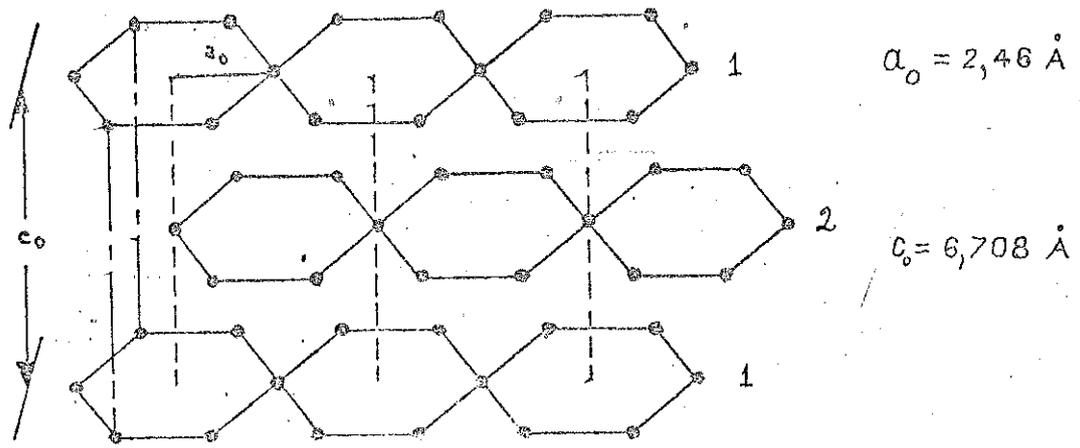
1-1 Introduction

Les propriétés mécaniques, thermiques et électriques du graphite présentent une grande anisotropie. Par exemple, les rapports des conductibilités électriques ($\sigma_{\perp}/\sigma_{//}$) et thermiques ($K_{\perp}/K_{//}$) sont, respectivement, de l'ordre de 8×10^4 et 10^2 (1,2). A cause de ce caractère exceptionnel, le graphite est devenu l'objet d'une étude intensive, tant du point de vue théorique qu'expérimental.

La difficulté de trouver des monocristaux naturels d'assez grandes dimensions, libres de défauts et d'impuretés, a longtemps gêné l'étude de ses propriétés intrinsèques. C'est seulement depuis quelques années que l'on peut fabriquer, par traitement thermique sous pression, d'échantillons de graphite pyrolytique, voisins de l'état monocristallin (voir § 5-1). L'obtention de tels échantillons a donc permis d'élargir le champ d'investigation sur un matériau idéal.

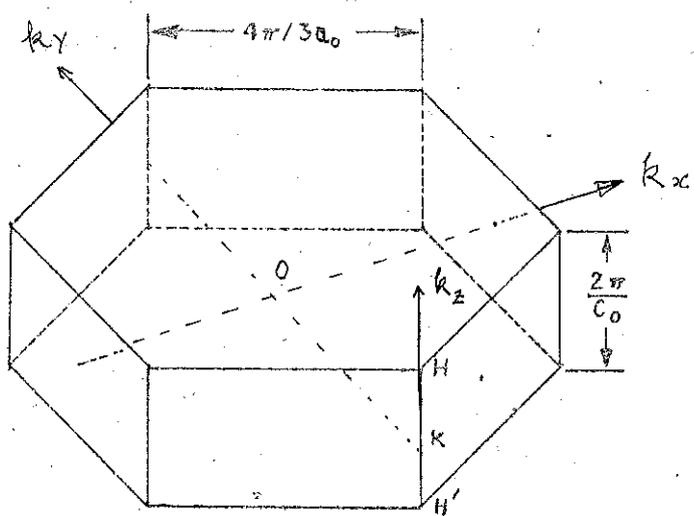
1-2 Travaux précédents

La structure cristallographique du graphite peut être décrite comme un empilement ordonné de plans parallèles se succédant dans l'ordre 1 2 1 2 ... , fig. 1a. Dans chacun de ces plans, les atomes forment un réseau d'hexagones réguliers. On voit que la distance entre les plans est, environ, 2,4 fois supérieure à celle existant entre deux atomes voisins, dans un plan. A cette anisotropie de structure est liée une anisotropie des forces interatomiques,



STRUCTURE DU GRAPHITE

FIG. 1A



ZONE DE BRILLOUIN
DU GRAPHITE

FIG. 1B

qui sont de nature covalente dans les plans et du type Van der Waals entre ceux-ci.

La zone de Brillouin correspondant au réseau de Bravais est représentée dans la fig. 1b.

A partir de nombreux travaux, tant expérimentaux, que théoriques, il apparaît que les bandes de conduction et de valence se recouvrent légèrement, près du niveau de Fermi^(3,4); cela se produit au voisinage immédiat des arêtes verticales de la zone de Brillouin, si bien que les porteurs de charge libres occupent une très petite fraction de cette zone, fig. 2A Cette structure de bandes traduit le caractère semimétallique du graphite; en même temps elle montre l'existence simultanée de deux types de porteurs à $T = 0^\circ\text{K}$: les électrons et les trous. Mis à part une déformation de symétrie trigonale autour de k_z , les surfaces de Fermi de ces porteurs, dits majoritaires, présentent l'allure d'ellipsoïdes très allongés; elles se placent le long des arêtes verticales de la zone de Brillouin, fig. 2B.

Les travaux expérimentaux concernant l'étude de cette surface sont dus principalement à Schøenberg⁽⁵⁾, Williamsson, Foner et Dresselhaus⁽⁶⁾. Ces chercheurs ont utilisé l'effet de Haas Van Alphen et Soule, Mc Clure et Smith⁽⁷⁾ ont utilisé l'effet Shubnikov de Haas. Postérieurement, Schroeder, Dresselhaus et Javan⁽⁸⁾, par des mesures de magnétoréflexion, ont montré que les surfaces des trous devraient occuper les régions autour de H; celles des électrons se placeraient autour de K, contrairement à ce qui était admis auparavant. (Nous passerons en revue, page 7, d'autres résultats concernant les porteurs minoritaires).

Du point de vue théorique, l'établissement du spectre d'énergie du graphite a débuté avec le modèle plan de Wallace⁽⁹⁾. Ce modèle ne pouvait expliquer ni le caractère semi-métallique, ni la présence simultanée d'électrons et de trous ayant des masses effectives différentes⁽⁴⁾. Plusieurs tentatives d'amélioration ont été effectuées par d'autres chercheurs. Slonczewsky et

SPECTRE DE BANDES DU GRAPHITE

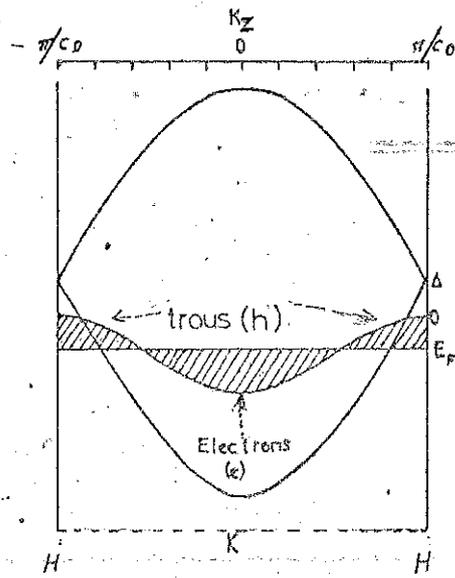


FIG. 2 A

LA SURFACE DE FERMÍ DU GRAPHITE

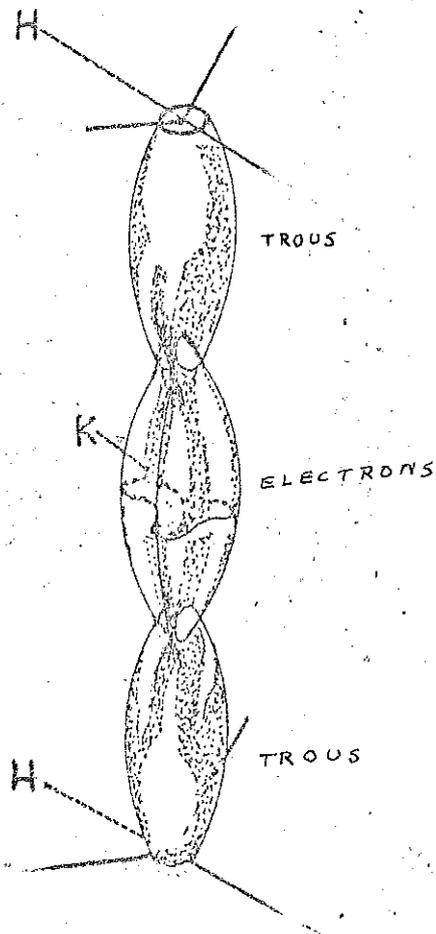


FIG. 2 B

Weiss⁽⁴⁾ ont repris le modèle de Wallace et ont fait la proposition la plus satisfaisante. Le modèle est tridimensionnel ; les calculs sont basés sur la théorie des groupes et des perturbations ; ils donnent de nouvelles expressions de l'énergie en fonction du vecteur d'onde. Certaines intégrales figurant dans ce calcul font intervenir le champ cristallin ; cela rend leurs déterminations incertaines. Elles sont ainsi traitées comme des paramètres à déterminer expérimentalement. La signification et les valeurs couramment admises de ces paramètres sont données dans le tableau I⁽¹⁾ ; voir fig. 3.

Tableau I⁽¹⁾

Paramètres qui décrivent les bandes d'énergie du graphite

<u>Paramètre</u>	<u>Origine physique</u>	<u>Intervalle de valeurs admises</u>
γ_0	Interaction entre atomes voisins dans un plan	2 à 4 eV
γ_1	Interaction entre atomes voisins du type A dans des plans différents	0,2 à 0,4
γ_2	Interaction entre des atomes du type B les plus proches	- 0,2 à + 0,2
γ_3	Interaction entre atomes des types A et B produisant la déformation trigonale	0,1 à 0,4
γ_4	Interaction entre plan, responsable par les différences de propriétés entre les bandes de valence et de conduction	0 à 0,25
γ_5	Interaction entre plans, responsable par le déplacement relatif des bandes.	
Δ	Déplacement résultant de la différence entre les atomes A et B	0 à 0,1

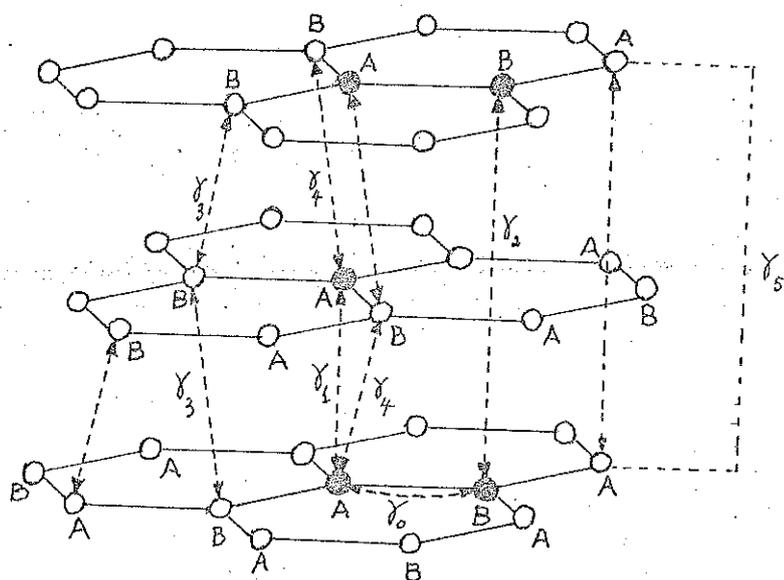


FIG.3

ORIGINE PHYSIQUE DES
PARAMETRES γ *

* A. HERPIN, "LES CARBONES", I (1965)

1-3 Les porteurs minoritaires

A partir de mesures de l'effet de Haas Van Alphen sur un monocristal de graphite, Soule a trouvé une période environ dix fois plus importante que celles correspondantes aux porteurs majoritaires. Il l'a attribuée à un autre groupe de porteurs : les minoritaires. Ce résultat a été confirmé par Williamson, Foner et Dresselhaus⁽⁶⁾, à l'aide de mesures de l'effet de Haas Van Alphen sur des échantillons monocristallin et pyrolitique. L'accord entre ces deux types de matériaux n'a été que qualitatif. D'autres périodes de valeurs intermédiaires ont été trouvées depuis⁽¹²⁾. Woollam a fait une étude comparative de ces résultats^(12,13), fig. 4 ; on remarque un facteur supérieur à deux entre les valeurs extrêmes. Cela fait partie des arguments selon lesquels, Woollam conclue qu'il y a au moins deux classes de minoritaires⁽¹³⁾.

Les oscillations de l'effet Hall sur des échantillons pyrolitiques, font partie de l'étude en question. Un bon accord avec les résultats sur les monocristaux a été remarqué.

A partir des résultats de Slonczewski et Weiss et de McClure, une étude théorique sur la structure des bandes, portant sur l'interaction spin-orbite a été faite par G. Dresselhaus et M.S Dresselhaus⁽¹⁴⁾. Elle prévoit une modification de la topologie de la surface de Fermi qui entraîne l'existence de deux autres sections extrémales donnant naissance à deux périodes pour l'effet de Haas-Van Alphen, Fig.5.

Un calcul basé sur cette théorie présente un accord dans l'ordre de grandeur avec les valeurs moins importantes présentées à la fig. 4, pour $\vec{H} // c$.

L'étude de ces porteurs n'a pas trouvé un accord entre les différents chercheurs, tant du point de vue des formes de la surface de Fermi correspondante que de leur localisation dans la zone de Brillouin^(1,14).

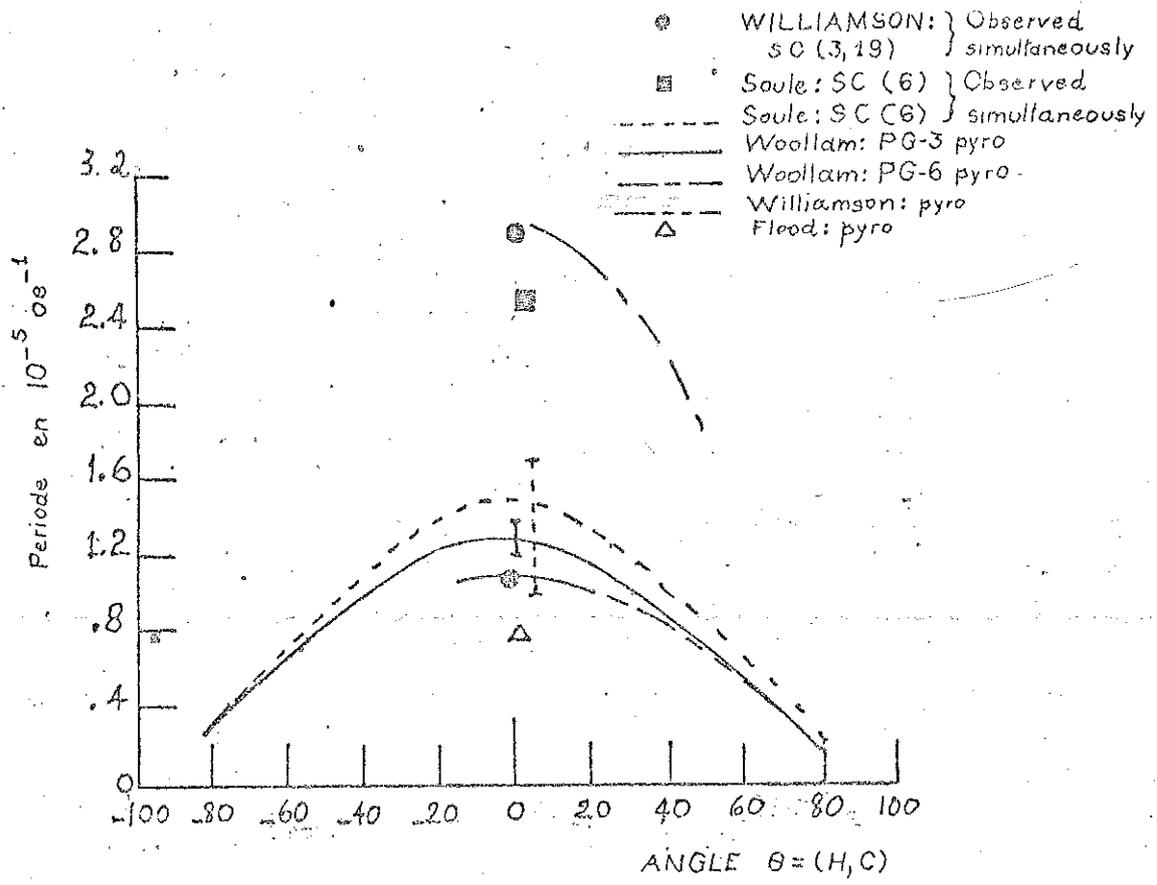


FIG. 4

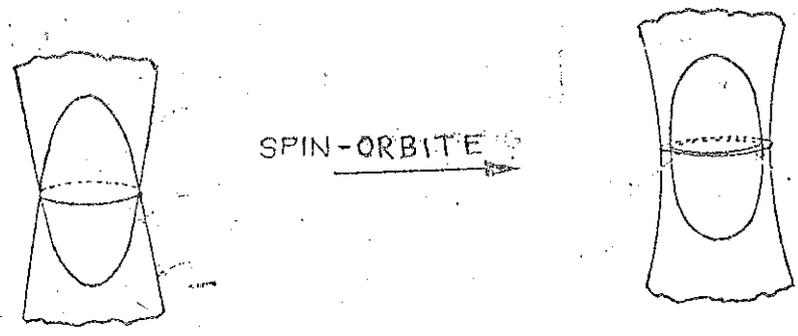


FIG. 5

Nous avons entrepris d'étudier ces porteurs minoritaires, par une autre technique. Nous avons utilisé un dispositif expérimental qui a été construit pour réaliser des mesures des oscillations magnétothermiques.

CHAPITRE II
LES OSCILLATIONS MAGNETOTHERMIQUES
et la
DETERMINATION DE LA SURFACE DE FERMI

2-1 Généralités

La forme de la surface de Fermi (S.F.) détermine complètement certaines propriétés statiques des métaux et semi-métaux (la capacité thermique électronique, le paramagnétisme de Pauli, etc...) ainsi qu'un grand nombre de propriétés de transport (conductibilités thermique et électrique). Mais une connaissance complète de la structure des bandes est nécessaire pour en expliquer beaucoup d'autres, telles que les propriétés optiques et les interactions magnétiques. Néanmoins, les mesures de la S.F. présentent toujours une importance fondamentale : elles permettent de déterminer très précisément la structure de bandes à une certaine énergie, l'énergie de Fermi, E_F . Ces études constituent une méthode unique pour vérifier les résultats des calculs de la théorie des bandes, lesquelles sont fondamentales pour comprendre les propriétés électroniques des métaux⁽¹⁵⁾.

Les méthodes permettant de déterminer la S.F. peuvent se classer en trois grandes catégories⁽¹⁶⁾. La première se caractérise par le fait que les propriétés utilisées dépendent d'une moyenne sur toute la S.F. (ex. chaleur spécifique électronique, ... propriétés galvanomagnétiques). On peut, ainsi, mesurer les déformations de la sphéricité (qui correspond aux électrons libres) et se rendre compte des contacts avec les bords de la zone de Brillouin. Mais la forme véritable de la S.F. n'est pas perceptible. Dans la deuxième catégorie, on utilise l'interaction entre les électrons et des particules, ou des ondes électromagnétiques. Ces méthodes présentent un grand intérêt sur

le plan théorique mais elles s'avèrent peu efficaces dans la pratique.

Finalement, on utilise les effets quantiques en présence d'un champ magnétique. Parmi ces effets, on peut citer l'effet de Haas-Van Alphen (dHVA), Shubnikov-de Haas (SdH) et les oscillations magnétothermiques (OMT). Dans ces cas, la S.F. est déterminée région par région.

2-2 Oscillations de l'énergie libre d'un système d'électrons

A - Description qualitative

L'exploitation de la S.F. région par région consiste en la mesure de l'aire des sections extrémales dans un plan perpendiculaire au champ magnétique. Le rôle spécial joué par ces sections peut être illustré à l'aide de résultats généraux de l'étude semi-classique du comportement des électrons.

Soit un gaz d'électrons dans un potentiel tridimensionnel parfaitement périodique. La fig. 6 représente la S.F. de ces électrons en absence de champ magnétique, H. Les états électroniques sont distribués quasi uniformément et sont remplis jusqu'à la S.F. La présence de H produit la concentration des états existant en champ nul en niveaux quantifiés dégénérés, stationnaires, connus sous le nom de niveaux de Landau, voir fig. 6b. Les effets de spin sont négligés pour le moment. La séparation en énergie entre eux est de

$$\omega_c = \text{fréquence de cyclotron}$$

$$\hbar e H / m_c c = \hbar \omega_c \quad m_c = \text{masse effective de cyclotron}$$

Dans l'espace réciproque, ces niveaux sont représentés par des cylindres concentriques dont l'axe est parallèle à H (cylindre de Landau). Les états électroniques de chaque cylindre de Landau sont peuplés jusqu'à une valeur k_z qui correspond à l'énergie de Fermi. Les trajectoires semi-classiques des électrons sont déterminées par les tangentes aux surfaces équiénergétiques et aux cylindres mentionnés. La condition de quantification de Bohr-Sommerfeld

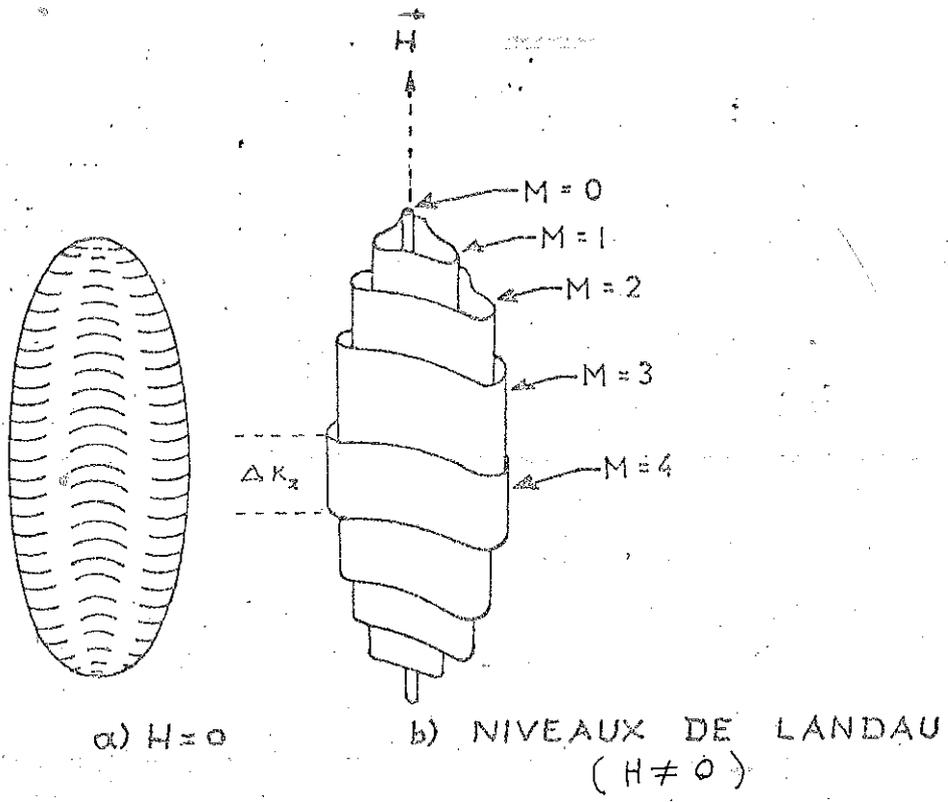


FIG. 6

peut être appliquée. On obtient l'expression suivante :

$$A_n = (n + \gamma) \frac{2\pi eH}{hc} \quad (1)$$

Cette relation, initialement obtenue par Onsager⁽¹⁷⁾ a été retrouvée d'une manière plus rigoureuse par Lifshitz et Kosevitch⁽¹⁸⁾.

Les divers paramètres figurant dans la relation (1) sont respectivement :

A_n - Aire de la section d'une surface équiénergétique

n - Nombre quantique

γ - Constante de phase

e - Charge de l'électron

H - Champ magnétique

K - Constante de Planck divisée par 2π

L'équation (1) montre que l'aire associée aux orbites électroniques croît quand le champ magnétique croît. Mais elle ne peut pas augmenter indéfiniment. Les électrons au voisinage du niveau de Fermi se redistribueront dans des états ayant une énergie inférieure, soit sur le même cylindre, soit sur un autre, avec des valeurs différentes de k_z . On peut montrer que, sous l'effet de H variable, les variations de l'énergie libre sont déterminées par les états voisins d'un extremum de la S.F., contenus dans une tranche d'épaisseur Δk_z , très inférieure à un diamètre de la S.F.⁽¹⁹⁾ fig. 6b. Dans cette région, un grand nombre d'électrons passent simultanément aux niveaux de Landau inférieurs et l'énergie libre baisse subitement. L'énergie libre du système varie périodiquement avec $1/H$.

B - Théorie de Lifshitz et Kosevitch

Le calcul explicite de l'énergie libre d'un système d'électrons plongés dans un champ magnétique a été fait par Lifshitz et Kosevitch⁽¹⁸⁾. Dans le

résultat obtenu on distingue trois parties : dans la première, l'énergie varie de manière monotone avec le champ et se trouve à l'origine du paramagnétisme de Pauli. Les deux autres sont liées au diamagnétisme orbital de Landau ; c'est seulement la troisième partie qui fait apparaître une énergie oscillante et présente un intérêt dans cette discussion. Elle permet d'expliquer les effets dHVA, SdH et les OMT, mentionnés à la page 11. Son expression est la suivante :

$$\phi_{osc} = kT \left(\frac{eH}{\pi c \hbar} \right)^{3/2} (A_0)^{-1/2} \sum_{p=1}^{\infty} \frac{e^{-\frac{2\pi^2 k p x}{\beta H}} \cos \left[\frac{\pi p g m_c}{2 m_0} \right]}{p^{3/2} \sinh \left[2\pi^2 p k T / \beta H \right]} \times$$

$$\times \cos \left\{ 2\pi p \left(\frac{c \hbar A_0}{2 \pi e H} - \gamma \right) + \frac{\pi}{4} \right\} \quad (2)$$

On distingue les paramètres suivants :

k - Constante de Boltzmann

T - Température absolue

A_0 - Aire d'une section extrême de la S.F.

$x = \frac{\hbar}{2\pi k \tau}$ - Température de Dingle

τ - Temps de relaxation des électrons (temps écoulé entre deux collisions).

g - Facteur de Landé

m_c - Masse effective DE CYCLOTRON

m_0 - Masse de l'électron libre

$$\beta = \frac{\hbar e}{m_c c}$$

Le cosinus est responsable du caractère oscillant. La période proportionnelle à $1/H$ est donnée par :

$$p = \frac{2\pi e}{c \hbar A_0}$$

Les signes positif et négatif correspondent à A_0 minimale et maximale respectivement. La présence de A_0 dans la phase est liée au fait que les oscillations de ϕ_{osc} dépendent essentiellement des sections des cylindres de Landau sur le petit intervalle Δk_z (voir page 13 et fig. 6b).

En ce qui concerne les amplitudes, on peut distinguer quatre facteurs dus : ¹⁾ aux effets de température, ²⁾ aux impuretés, ³⁾ au spin et ⁴⁾ à la courbure de la S.F.. Les oscillations de ϕ_{osc} ne peuvent être observées que si la séparation $\hbar\omega_c$ entre les niveaux est très supérieure à l'élargissement kT de la S.F. :

$$\hbar\omega_c \gg kT \quad (3)$$

En effet, si $kT \gtrsim \hbar\omega_c$ la discontinuité d'occupation des états au niveau de Fermi disparaît ; par conséquent, sous l'effet de la variation de H , les sections voisines de A_0 ne peuvent plus se vider brusquement (page 13). Dans l'expression (2) le sinus hyperbolique est lié à ce fait.

La présence d'impuretés empêche que les états électroniques soient stationnaires, voir page 11. En conséquence, les électrons présentent un temps de relaxation fini. Au-delà d'une certaine limite, la diminution de τ entraîne un tel élargissement des niveaux de Landau que les oscillations de l'énergie libre s'amortissent ou disparaissent. On montre que, pour observer les oscillations de ϕ_{osc} , on doit avoir nécessairement :

$$\omega_c \tau \gg 1 \quad (4)$$

L'amplitude est affectée du facteur :

$$e^{-\frac{2\pi^2 k_B p_0}{\beta H}}$$

Le spin produit un dédoublement des niveaux de Landau. Une série correspond au spin parallèle à \vec{H} et l'autre au spin anti-parallèle. Le décalage en énergie entre les deux séries est :

$$\Delta E = g \mu_B H \quad \begin{array}{l} g = \text{facteur de Landé} \\ \mu_B = \text{magnéton de Bohr} = \frac{e \hbar}{2m_0 c} \end{array}$$

La période des oscillations ne subit aucune modification, mais l'amplitude est multipliée par $\cos(\pi p g \frac{m_0 c}{2m_0})$.

Dans le cas des électrons libres et de certains semi-métaux, ce facteur est, respectivement, égal ou voisin de $(-1)^p$.

Finalement, l'amplitude est affectée par le rayon de courbure de la S.F., dans un plan parallèle à \vec{H} . Cela est exprimé par le facteur :

$$(A_0'')^{-1/2} = \left| \frac{\partial^2 A_0}{\partial k_z^2} \right|^{-1/2}$$

D'une manière générale, les propriétés liées à l'énergie libre présentent un comportement oscillatoire en fonction de H et sont utiles dans l'étude de la S.F..

2-3 Oscillations magnétothermiques

Comme $S = -\frac{\partial \phi}{\partial T}$, la température des électrons doit varier périodiquement en fonction de \vec{H} .

Soit un système constitué par les électrons et le réseau, maintenu adiabatiquement. Par suite d'une variation de H , nous pouvons écrire :

$$T dS = c_H dT + T \left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H dH = 0 \quad (5)$$

L'influence du champ magnétique sur le réseau est considérée comme négligeable. D'autre part, celui-ci se met en équilibre thermique avec les électrons, dans un temps très court ; T peut donc être considéré comme étant la température de l'échantillon et c_H , la capacité thermique totale, en présence du champ magnétique. Nous avons donc :

$$\left(\frac{\partial T}{\partial H} \right)_S = - \frac{T}{c_H} \left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H \quad (6)$$

Or, $M = - \frac{\partial \phi}{\partial H}$

où ϕ est donné par (2). L'équation (6) peut donc s'écrire (25)

$$\left(\frac{\partial T}{\partial H} \right)_S = - \frac{1}{c_H} \left(\frac{2\pi f}{H} \right) H^{3/2} T \sum_{p=1}^{\infty} p^{-1/2} \left[1 - \frac{pT}{T_H} \coth \left(\frac{pT}{T_H} \right) \right] \frac{p \exp \left(- \frac{2\pi^2 p^2 \alpha}{\beta H} \right)}{\sinh \left(2\pi^2 p^2 kT/\beta H \right)} \sin \left[2\pi p \left(\frac{c_H A_0}{2\pi e H} - \gamma \right) \pm \frac{\pi}{4} \right] \quad (7)$$

$$f = \frac{c_H A_0}{2\pi e}$$

$$T_H = \beta H / 2\pi^2 k$$

$$\beta = e\hbar / m_c c$$

$$P_p = - 2 k (e/c\hbar)^{3/2} \left| \frac{\partial A_0}{\partial k^2} \right|^{-1/2} \cos(p\pi g m_c / 2 m_0)$$

Les paramètres ont été définis à la page 14. Les remarques concernant la phase, les effets de température, les impuretés, le spin et la courbure de la S.F. restent valables pour l'équation (7).

L'amplitude de chaque terme présente un maximum pour

$$\chi_p \approx 1,5, \text{ où } \chi_p = \frac{2\pi^2 p k}{\beta} \left(\frac{T}{H} \right)$$

est l'argument des fonctions hyperboliques figurant dans l'expression en question. Les températures pour lesquelles l'amplitude est maximale peuvent donc s'exprimer par :

$$T \approx \left(\frac{0,33}{pr} \right) H \quad \text{avec } r = \frac{m}{m_0} c$$

compte tenu des valeurs des constantes :

Quand la température tend vers zéro, l'entropie tend vers zéro et les oscillations doivent disparaître. Les valeurs de T/H correspondant au maximum d'amplitude décroissent, naturellement, avec l'ordre de l'harmonique. Pour une valeur de H suffisamment élevée, l'amplitude d'un harmonique devient plus importante que celles d'ordre inférieure, y compris le fondamental. A cause de ce comportement, les oscillations ne présentent pas d'aspect sinusoïdal, mais prennent une forme de pic. Du fait que les porteurs correspondant au même nombre quantique n et de spins anti-parallèles, n'ont pas la même énergie, leurs pics sont décalés et le facteur g peut être mesuré directement.

S'il n'y a qu'une seule fréquence, les OMT permettent une mesure directe de la température de Dingle. Bien qu'il y ait une valeur maximale, l'amplitude des oscillations varie peu avec T/H , au voisinage de ce maximum. A température constante, l'amplitude des oscillations est simplement proportionnelle au facteur de Dingle,

$$\frac{1}{H} \exp \left(- \frac{p \chi}{T_H} \right)$$

La courbe de $\log \left(\frac{\text{Amp}_1}{H^{1/2}} \right)$ vs $\frac{1}{T_H}$ est donc une droite de pente $-\chi$.

En conclusion, nous pouvons remarquer que les OMT sont utilisables

pour la détermination des sections extrémales de la S.F. et le facteur de Landé.

CHAPITRE III
TECHNIQUE EXPERIMENTALE
METHODE ADIABATIQUE

3-1 - Introduction

Les conditions nécessaires pour observer les OMT sont les suivantes :

- a) Des échantillons monocristallins très purs
- b) Des basses températures
- c) Des champs magnétiques ayant ^{une} homogénéité élevée.

De plus, l'amplitude de ces oscillations étant de l'ordre de 10^{-4} °K, les thermomètres utilisés doivent être spécialement sensibles et stables et avoir une capacité thermique beaucoup plus petite que celle de l'échantillon.

D'autre part, pour exploiter les résultats, il faut bien connaître l'orientation des axes cristallins de l'échantillon par rapport au champ magnétique appliqué.

Dans un premier temps, nous avons essayé d'observer les OMT par une méthode adiabatique ⁽²⁰⁾.

Dans cette méthode on enregistre les oscillations de température subies par l'échantillon. Il faut que celui-ci soit relativement isolé du bain d'hélium, avec un temps de relaxation thermique, τ_{BE} , supérieur à la durée d'une oscillation. En même temps, il faut que ce temps soit suffisamment court pour que le chauffage provenant de différentes sources ne modifie pas trop la température de l'échantillon. Ensuite nous présentons des détails sur le cryostat, les méthodes et les instruments de mesure.

3-2 - L'ensemble du montage

La fig 7 représente une vue générale du montage utilisé. Le cryostat est entièrement classique, sauf l'ensemble mécanique qui commande les

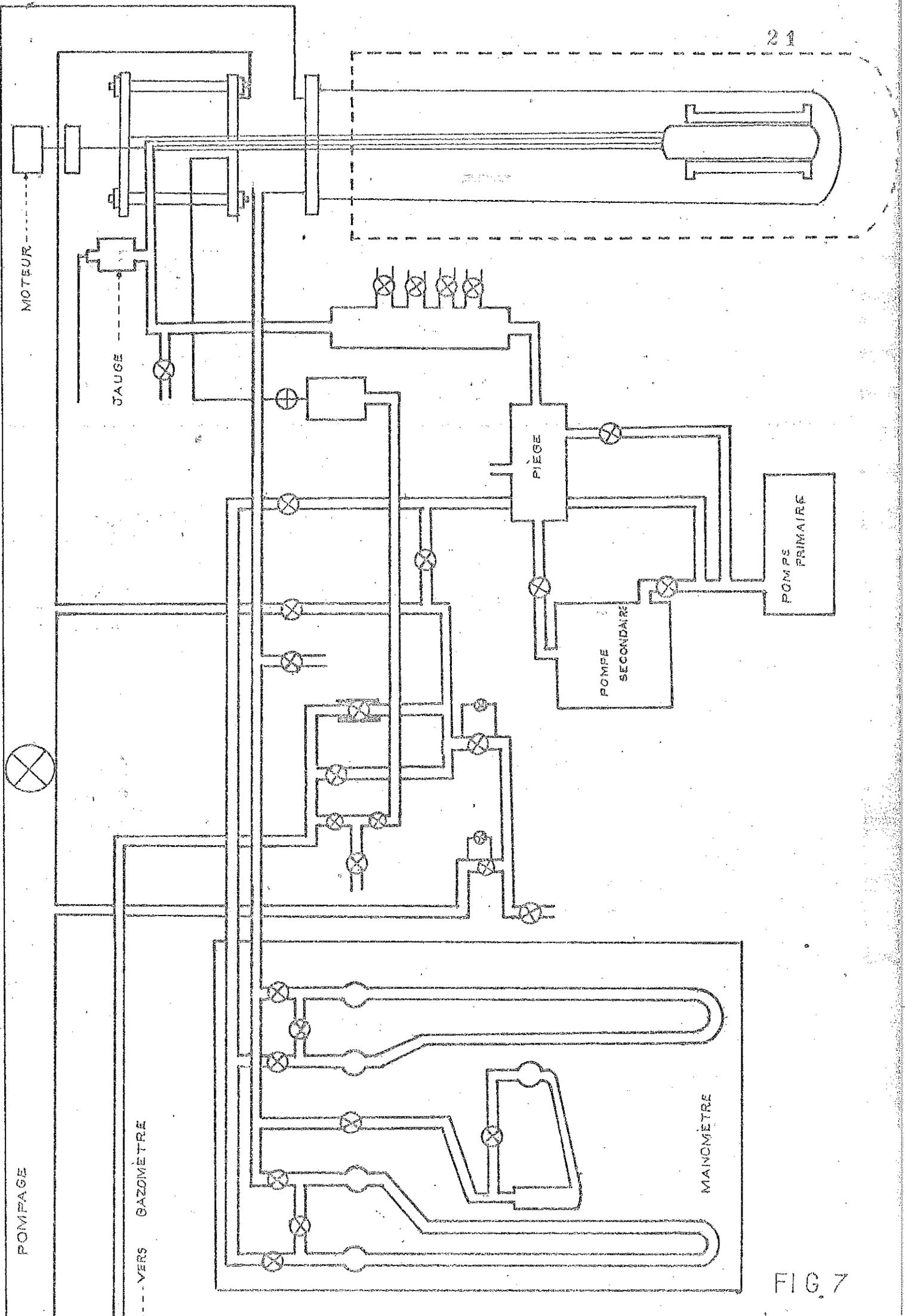


FIG. 7

rotations de l'échantillon. Le système à l'intérieur du calorimètre a exigé plusieurs essais avant de mettre au point la conception convenable pour les mesures. Tous les systèmes de rotation essayés ont été commandés par le même système à l'extérieur du cryostat. Celui-ci est montré à la fig. 8.

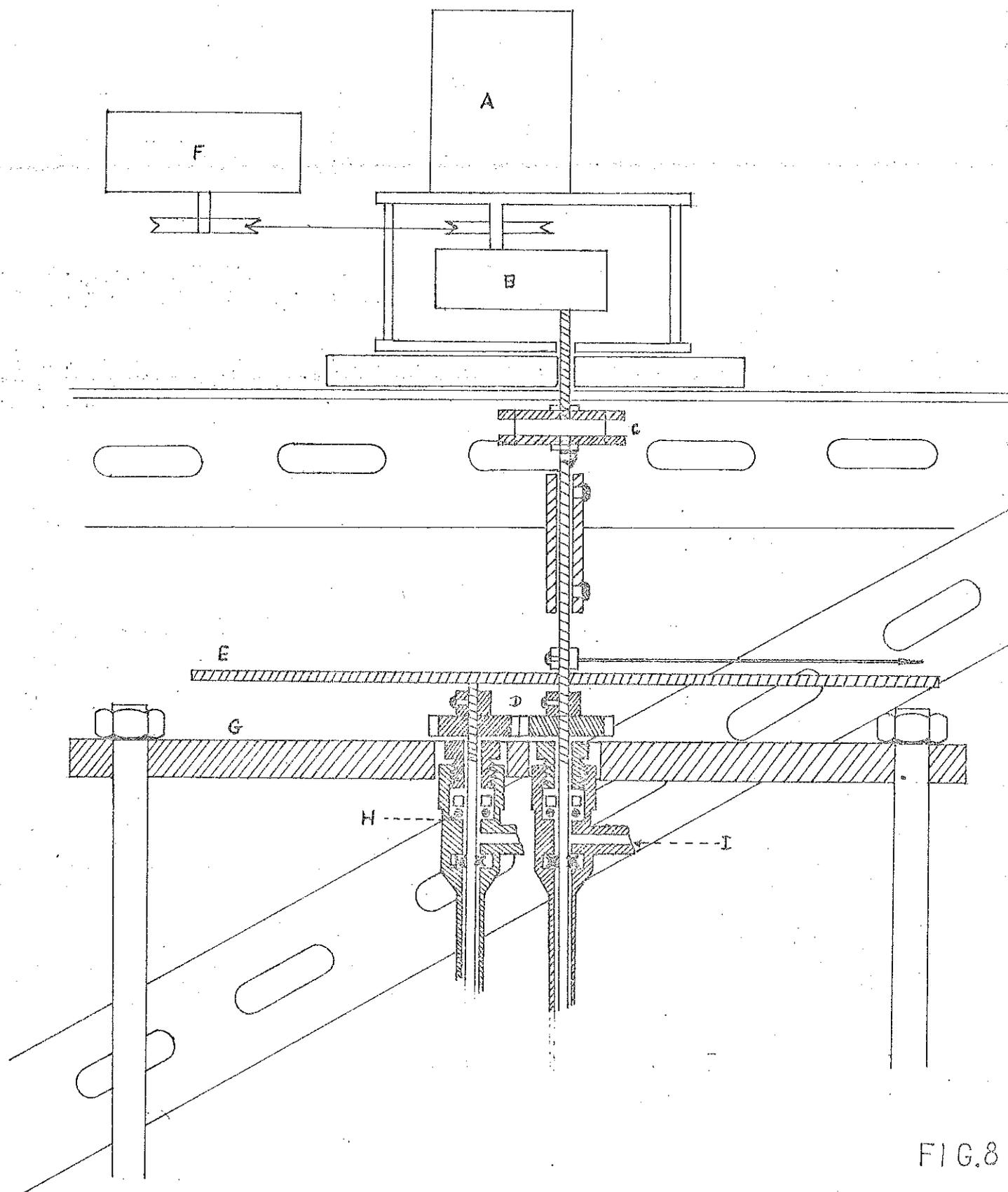


FIG. 8

Sur la fig 8 sont représentés les composants suivants :

A-Moteur entraînant la rotation d'un ou deux axes. Il est fixé d'une manière rigide à une structure métallique accrochée au mur.

B- Réducteur de vitesse.

C- Cardan en caoutchouc pour diminuer l'apport de vibrations à l'intérieur du calorimètre.

D-Engrenages : Un axe de rotation est actionné directement par le moteur.

E. Echelle circulaire de division minimale de 1° .

F - Compte tours.

G. Plaque en aluminium. Etroitement tenue par trois tiges en laiton, l'utilité de cette plaque est d'empêcher que les axes exécutent des mouvements excentriques, qui pourraient endommager le système de rotations à l'intérieur du calorimètre, assez délicat.

H. Joints théoriques.

I. Vide primaire.

Une éventuelle fuite au niveau du joint inférieur pourrait détruire le vide de l'ordre de 10^{-6} mmHg à l'intérieur du calorimètre. En évacuant l'espace entre les deux joints ce risque est minime.

3-3 - Champ magnétique

Le champ \vec{H} est produit par une bobine supraconductrice, laquelle a été calculée pour avoir dans une sphère de 4 cm de diamètre, une homogénéité meilleure que 1 %. Dans la région centrale, occupée par l'échantillon, l'homogénéité sera meilleure. Un calcul fait à l'ordinateur donne :

$$H/I = 900 \text{ oe/A}$$

L'étalonnage permet de relever :

$$H/I \approx 880 \text{ oe/A}$$

Cet étalonnage ayant été réalisé trois fois, la précision sur la valeur mesurée a été estimée être de l'ordre de 0,7 %. Le champ maximal théorique est de l'ordre de 27 koe. Dans la pratique, la valeur opérationnelle maximale a été de 21 koe.

L'alimentation utilisée est du type LAFEL.

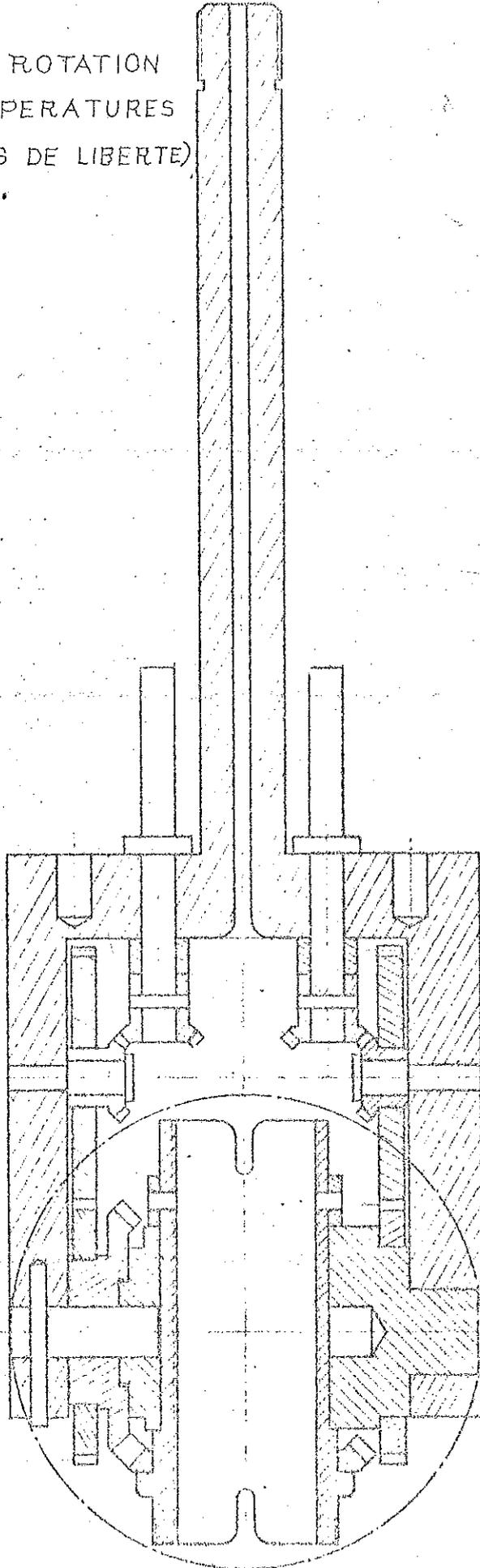
La fixation de cette bobine est indépendante de celle du calorimètre, de sorte qu'elle n'exerce aucune contrainte sur celui-ci.

3-4 - Méthode adiabatique - Réalisation

A. Rotation de l'échantillon - Premier système

Le premier système permet la réalisation de rotations selon deux degrés de liberté, seulement limitées par les fils électriques raccordés à l'échantillon, fig. 9. L'espace disponible laissé au porte-échantillon n'étant pas assez important, le temps de relaxation thermique, τ_{BE} , était trop court. Cependant, le système mécanique a fonctionné à $T = 1,3 \text{ }^\circ\text{K}$ et peut, donc, donner satisfaction dans d'autres situations.

SYSTEME DE ROTATION
A BASSE TEMPERATURES
(DEUX DEGRES DE LIBERTE)



0 1 2 3 Cm

FIG. 9

PROJET	1	1	1
DATE			
DESIGNER			
CHECKED			
APPROVED			
CHWB			
LES DROITS RESERVEES SOUS LE SIGNATURE DE L'INVENTEUR			

B. Deuxième système

Dans le but de diminuer le frottement et augmenter l'espace disponible pour loger le porte-échantillon, un deuxième système a été conçu. Les déplacements angulaires sont communiqués à l'échantillon à l'aide de deux poulies, fig.10 . Il n'y a qu'un seul axe de rotation. Trois pièces rectangulaires ont été adaptées, l'une à l'intérieur de l'autre, les deux dernières pouvant tourner autour de deux vis de sustentation. L'échantillon étant lié au rectangle intérieur peut être mené à occuper n'importe laquelle position de départ.

Pour avoir τ_{BE} supérieur à 100 sec. l'échantillon est tenu par des fils de nylon de 0,1 mm de diamètre.

C. Mesure de température - Méthode directe

Une série d'observations a été réalisée où la température de l'échantillon était déterminée à l'aide d'une résistance de carbone collée à sa surface. Cette résistance a été mesurée avec un pont S E I N et les écarts par rapport à la valeur en champ nul, enregistrés en fonction du champ. Il est difficile d'éviter des problèmes provenant des échauffements parasites, principalement des courants de Foucauld. Ces courants introduisent des dérives gênantes au cours de l'enregistrement de la température.

D. Mesure de température - Méthode d'opposition

Les difficultés mentionnées peuvent être minimisées par l'artifice suivant ⁽²¹⁾ :

Nous plaçons, à côté du monocristal, un échantillon polycristallin

SYSTEME DE ROTATIONS
D'UN ECHANTION A
BASSE TEMPERATURES
(POULLIES)

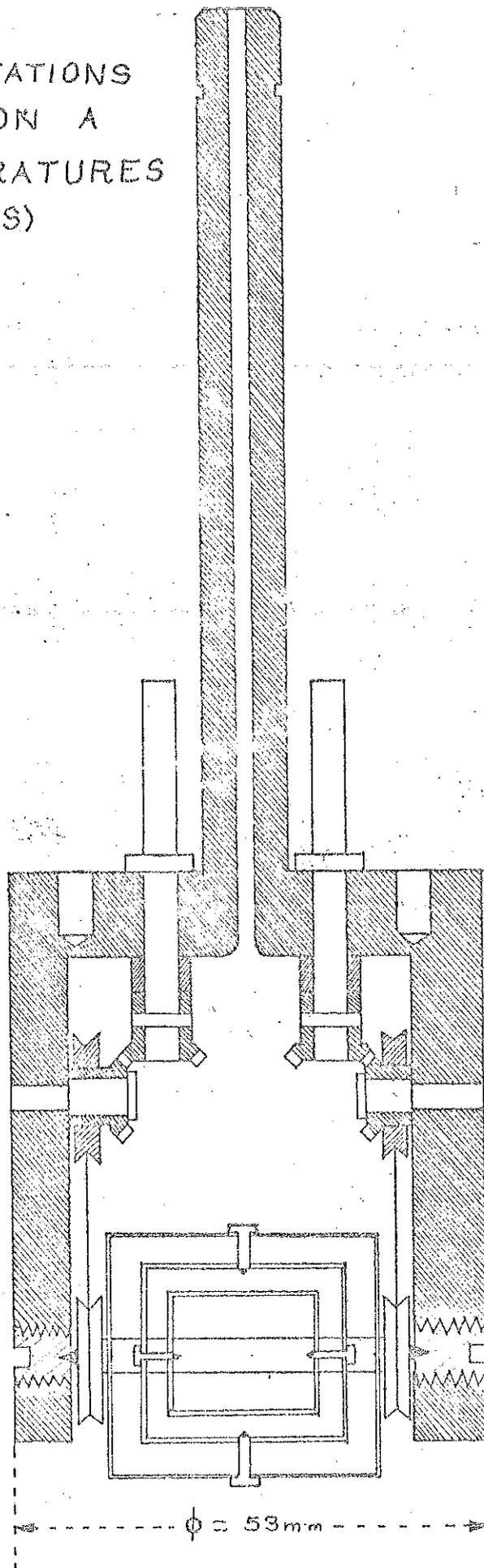


FIG. 10

du même matériau, de telle sorte qu'ils possèdent les capacités thermiques aussi proches que possible. En plus, ils doivent avoir le même temps de relaxation thermique, τ_{BE} .

Des thermomètres ayant des courbes $R(T)$ aussi voisines que possible sont collés sur ces échantillons ; ces résistances sont branchées de telle façon que le pont de mesure donne la différence entre ses valeurs, fig 11 .

E. Préparation des thermomètres

Les résistances de départ ont été des Allen Bradley de 47Ω e $0,1 W$. Dans le but d'augmenter la sensibilité des mesures, elles ont été aplaties, comme l'indique la fig. 12 . Dans ces conditions, la capacité thermique du thermomètre est diminuée et le contact thermique avec l'échantillon est favorisé. Les résistances ont été collées aux surfaces des échantillons avec du vernis G.E..

Leurs valeurs ont été, alors, ajustées en les branchant au pont de mesure, fig. 12 , pour déterminer laquelle avait la valeur inférieure. Sa section était diminuée et un nouvel essai réalisé jusqu'à ce que les valeurs coïncidaient à quelques dixièmes d'ohm. à la température de l'azote liquide

Le tableau II donne l'évolution de R_1 et R_2 en fonction de la température.

		II				
		Ambient	Azote	4,2 °K	1,37 °K	1,22 °K
R_1	Ω	95,1	161,2	1314,7	34960	44990
R_2	Ω	95,2	161,8	1300,7	31950	41100

Nous constatons que, malgré l'écart entre R_1 et R_2 , la variation de celui-ci, consécutive d'une oscillation $\Delta T = 10^{-3} \text{ °K}$ est très réduite devant

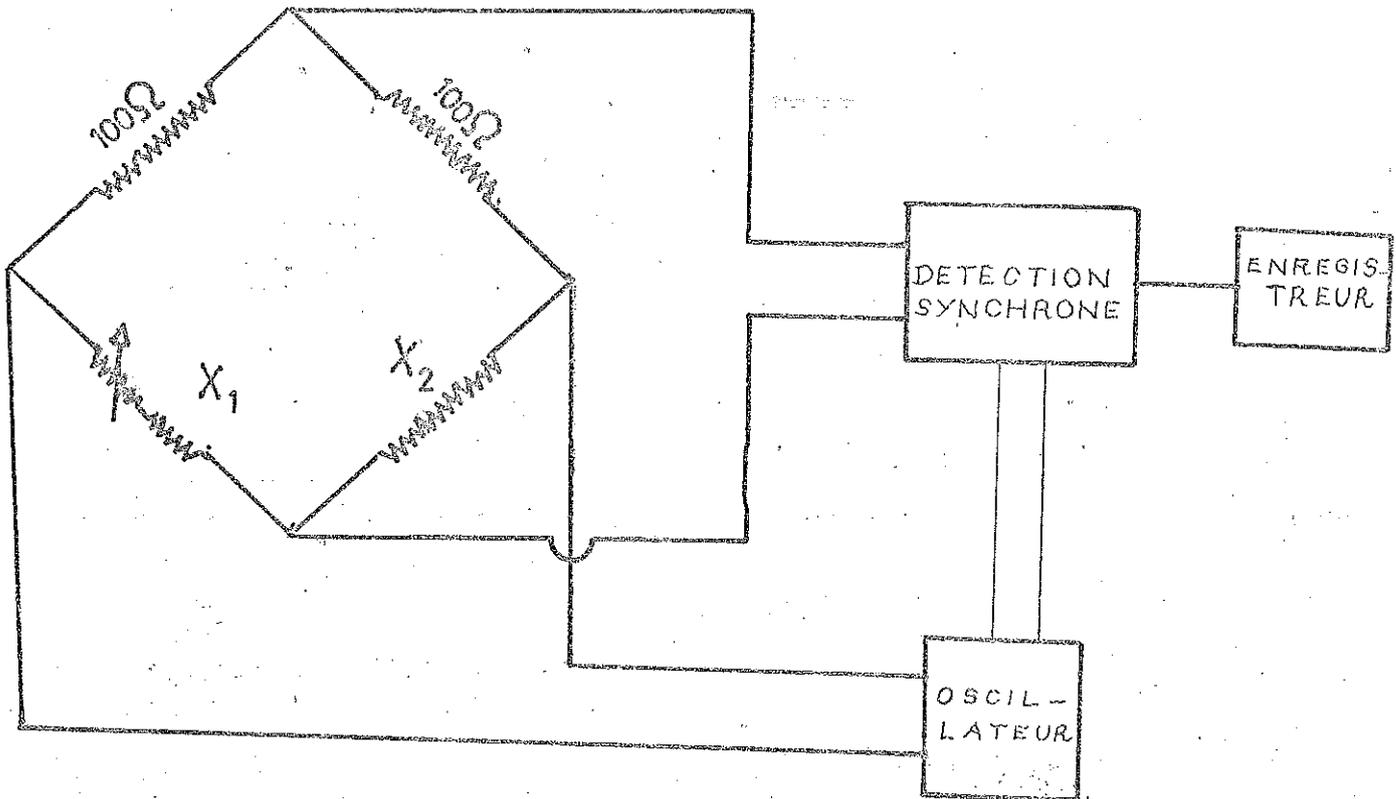


FIG. 11

MESURE DE TEMPERATURE
METHODE D'OPPOSITION

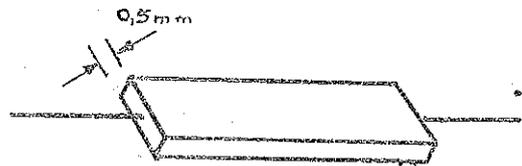
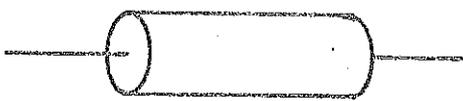


FIG. 12

PREPARATION DES THERMOMETRES

l'écart lui même, aux plus basses températures.

Vers 1,3 °K la sensibilité de mesure de température est de l'ordre de

$$\frac{dT}{dR} = 10^{-5} \text{ °K}/\Omega$$

3-5 - Essai avec un échantillon de Bi

Le Bi a une structure romboédrique

La pureté de l'échantillon utilisé dans ces mesures est 5-N.

Ses dimensions sont, à peu près, $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$.

La bonne qualité cristallographique a été vérifiée aux rayons X.

Le découpage a été réalisé de telle façon que les axes binaire et ternaire soient perpendiculaires à deux faces planes, cela ayant été contrôlé aux rayons X. Ces deux faces planes permettaient d'effectuer l'orientation de l'échantillon par rapport au champ magnétique. L'axe binaire a été placé parallèlement au champ magnétique et l'axe ternaire en coïncidence avec l'axe de rotation horizontal (perpendiculaire à H).

Les mesures de température ont été réalisées par la méthode indiquée au § 3-4 - C.

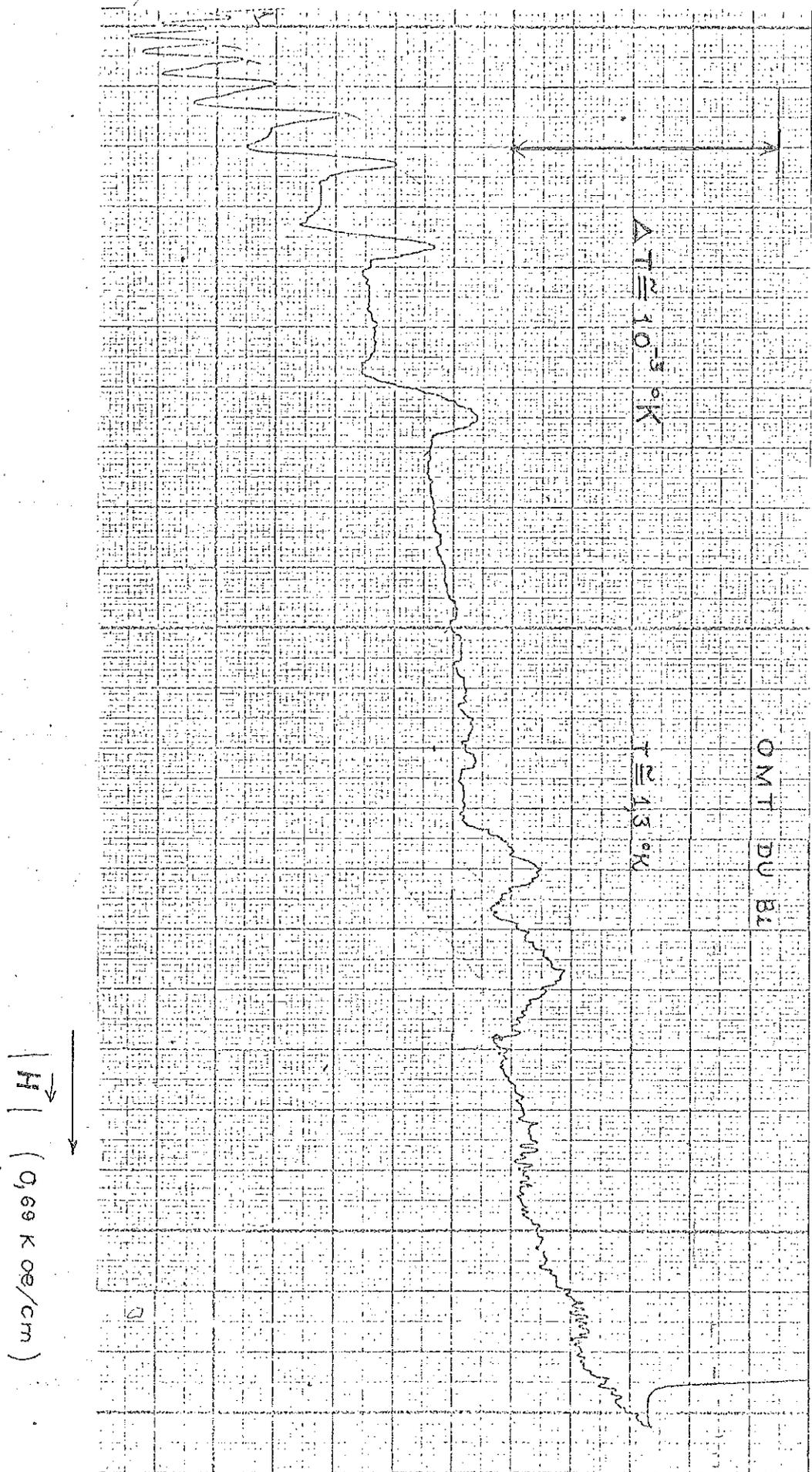
La fig. 13 représente l'enregistrement des oscillations de température de l'échantillon de Bi en fonction du champ magnétique appliqué.

La courbe représentée à la fig. 13 ressemble bien à celle obtenue par Kunzler pour un échantillon de Bi soumis aux mêmes conditions mais les pics ne présentent pas la même structure par rapport au champ magnétique.

Nous remarquerons que dans notre enregistrement, le plus grand pic correspond à

$$\Delta T \cong 4 \times 10^{-4} \text{ °K}$$

en accord avec le résultat figurant en référence 20 et un calcul théorique de



OPERA FIG.13

Schoenberg .

3-6 - CONCLUSION

Bien qu'après ces premiers essais le système n'ait pas été encore au point, les OMT ont pu être observées. Il restait à améliorer l'enregistrement des oscillations de température. En particulier pour les valeurs de champ les plus élevées, la dérive de la courbe d'enregistrement devenait importante, malgré le progrès atteint par l'utilisation de la méthode d'opposition.

Pour pallier à ces difficultés nous avons préféré utiliser une autre méthode, où les problèmes expérimentaux peuvent être résolus de manière plus systématique.

CHAPITRE IV
METHODE DE MODULATION

4-1 - Principe

Considérons un échantillon muni d'un thermomètre, comme décrit au chapitre dernier, en présence d'un champ $\vec{H}(t)$ et soumis à une température à laquelle les OMT puissent être observées. En plus de τ_{BE} nous définissons τ_{TE} : c'est le temps de relaxation thermique entre l'échantillon et le thermomètre.

Nous rappelons la discussion de la page 17 sur le système constitué par les électrons et le réseau, correspondant à l'échantillon.

Un champ magnétique oscillant \vec{h} est superposé à \vec{H} : nous avons

$$|\vec{h}| \ll |\vec{H}|$$

$$h = h_m \sin \omega t$$

$$\omega = 2\pi f$$

Une variation oscillante ΔT_{OSC} de la température de l'échantillon apparaît, sous l'effet de \vec{h} . Celle-là se superpose aux OMT, fig. 14. Si $(1/f) < \tau_{BE}$ une valeur optimale de $|\Delta T_{OSC}|$ sera favorisée. De plus, cette variation oscillante sera plus facilement détectée par le thermomètre si

$$(1/f) > \tau_{TE}$$

La condition pour bien produire et bien détecter ces oscillations s'exprime, donc, par la double inégalité :

$$\tau_{TE} < (1/f) < \tau_{BE}$$

Si $h_m \ll \Delta H_{osc}$ (où ΔH_{osc} est la fréquence d'une oscillation magnéto-thermique), la quantité mesurée, en première approximation, est

$$\Delta T_{osc} = h_m \left(\frac{\partial T}{\partial H} \right)$$

Ce signal, provenant du thermomètre, est mesuré par une méthode de détection de détection synchrone dont la fréquence est la fondamentale de celle de modulation. Dans ces conditions, on peut s'affranchir des dérives fréquemment rencontrées dans ce genre de mesures. L'échantillon est gardé en bon contact thermique avec le bain. Ainsi, la quantité de chaleur due aux courants de Foucauld est constamment dégagée vers le bain et sa température est raisonnablement connue.

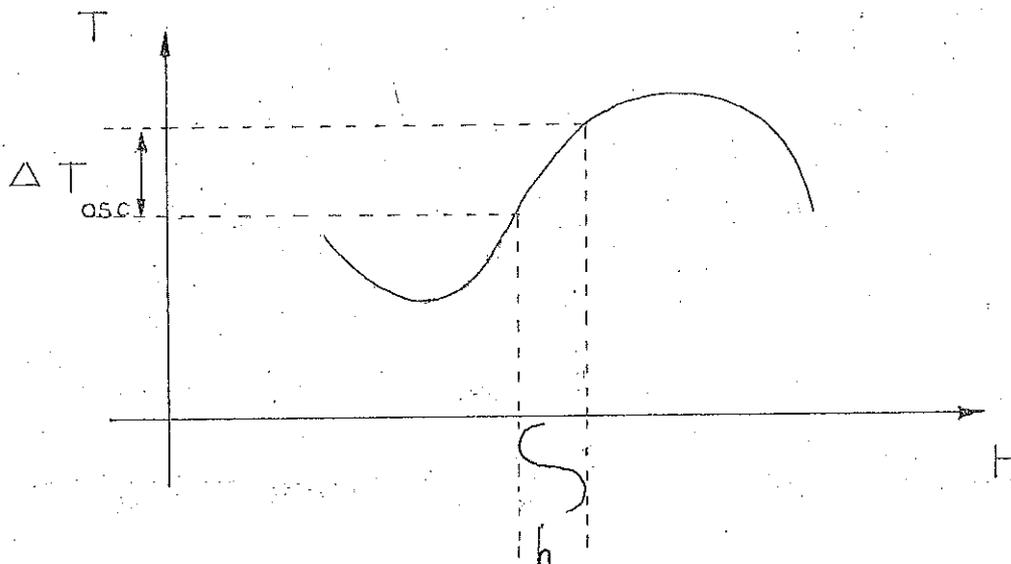


FIG. 14

OSCILLATIONS MAGNETOTHERMIQUES
MONTAGE ELECTRONIQUE
METHODE DE MODULATION

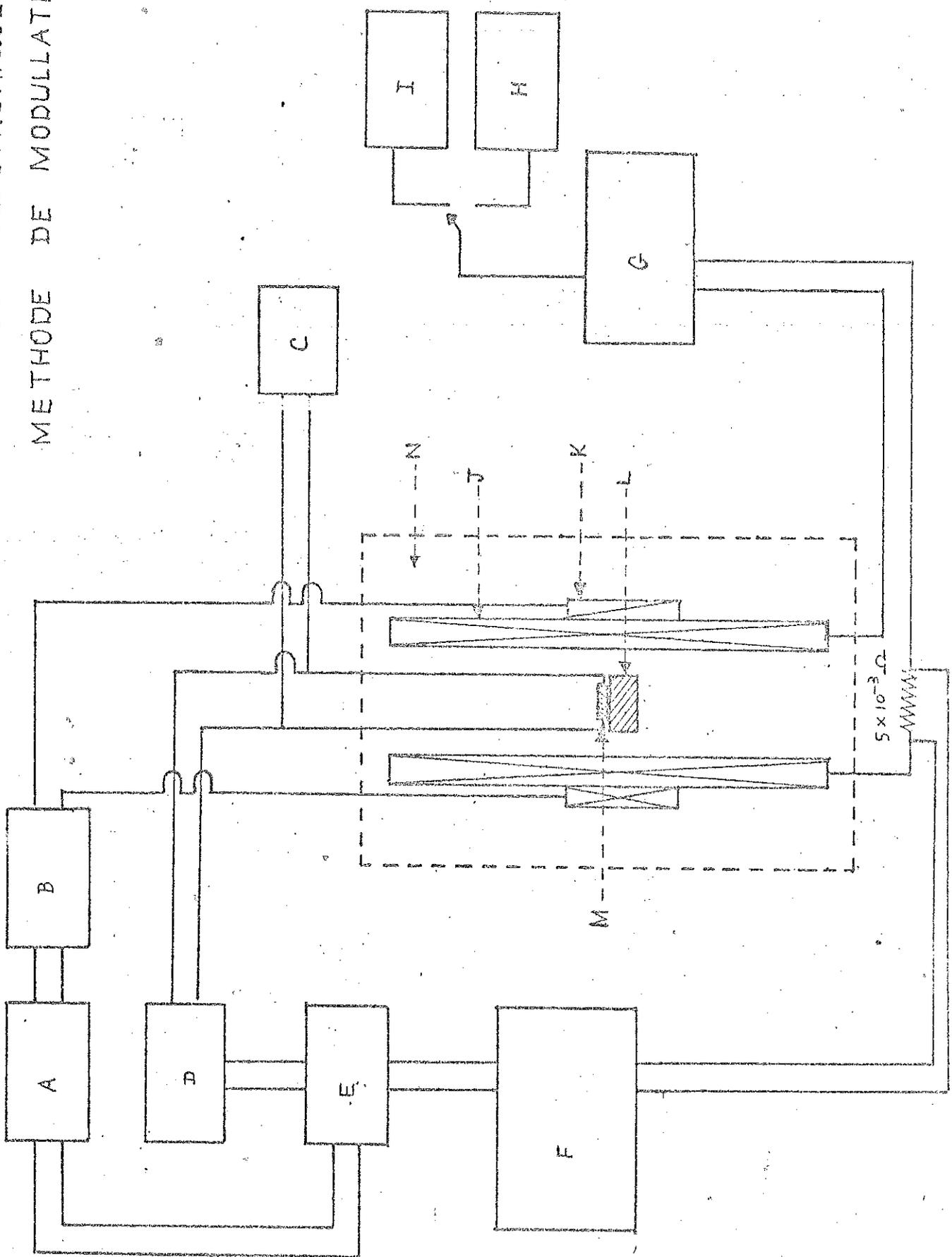


FIG. 15

La fig. 15 représente le montage utilisé dans les mesures

- A - Oscillateur
- B - Amplificateur
- C - Source de courant stable
- D - Amplificateur faible niveau
- E - Détection synchrone
- F - Enregistreur servotrace à 2 voies
- G - Alimentation de bobine supra
- H - Balayage de champs $t \propto \left(\frac{1}{H}\right)$
- I - Balayage de champs $t \propto H$
- J - Bobine de champs
- K - Bobine de modulation
- L - Echantillon
- M - Thermomètre
- N - Cryostat

4-2 - Méthode de Modulation - Réalisation

A. Généralités

Les cinq premiers composants montrés à la fig. 15, font partie du pont de mesures de variation de température avec le champ \vec{H} . L'utilisation d'une source de courant stable fait que le signal provenant du thermomètre est proportionnel aux variations de température de l'échantillon, mentionnées en page 33.

L'oscillateur impose une seule fréquence à la détection du signal et au courant qui alimente la bobine de modulation. Cette bobine est ajoutée extérieurement à la bobine de champ ; leurs centres de symétrie étant coïncidents. Les caractéristiques du bobinage sont :

Matériel - Cu

Diamètre du fil - 55/100 mm

Nombre de couches - 4

Nombre total de spires - 540

B. Balayage du champ en $1/H$

Etant donné que les OMT ont une pseudo-période proportionnelle à $1/H$, les premiers pics, ceux qui se produisent à champs faible, seront trop proches les uns des autres, si le balayage du champ est du type

$$t = k_1 H$$

Par contre, pour un balayage du type

$$t = k_2 \left(\frac{1}{H} \right)$$

les pics seront pratiquement équidistants, ce qui est avantageux pour l'analyse des résultats. Un tiroir (H) permettant de réaliser le balayage en (1/H) a été incorporé au montage.

C. Constante de temps électronique

Un filtre placé avant la sortie du pont sert à atténuer beaucoup les fréquences de valeur supérieure à celles qui composent le spectre des OMT, mais ne doit pas modifier celui-ci, bien entendu. Le filtre utilisé permet de fixer quatre constantes de temps différentes :

$$\tau_e^1 = 0,3 \text{ sec}$$

$$\tau_e^3 = 3 \text{ sec}$$

$$\tau_e^2 = 1 \text{ sec}$$

$$\tau_e^4 = 10 \text{ sec}$$

Ces temps, $\tau_e = RC$, sont liés aux fréquences de coupure par la relation

$$t = \frac{1}{2\pi\tau_e}$$

Si la valeur de τ_e n'est pas bien affichée, des détails de l'enregistrement ne seront plus détectés.

D. Essai

En utilisant le porte-échantillon décrit au § 3-4B, nous avons réalisé un essai du système de mesure. L'échantillon utilisé fut une partie, de $3 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$, du cristal de Bi ayant fait l'objet de l'essai décrit au § 3-5. Cette fois-ci, l'échantillon était collé au bout d'un support en araldite, tenu par le rectangle en inox décrit au § 3-4B, fig 10.

Nous remarquons l'amélioration considérable de la sensibilité de détec-

OSCILLATIONS
MAGNETIQUES
DANS LE B₁

(METHODE DE MODULATION)

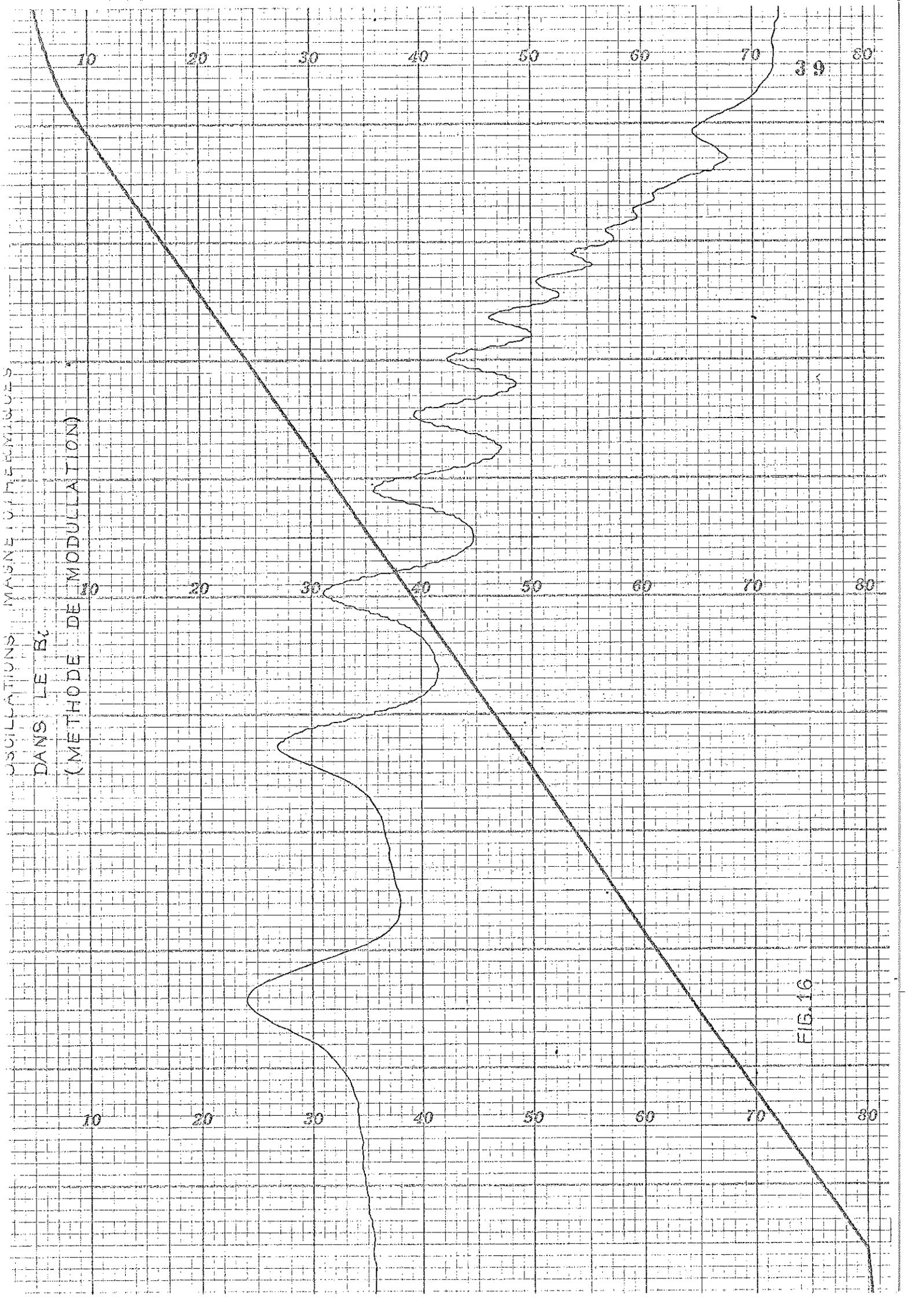


FIG. 16

tion, fig. 16 .

4-3 - Rotation de l'échantillon

Ayant résolu le problème de détection des OMT, nous avons fait des modifications du système de rotations fig. 8 et 10 afin d'avoir une précision de $\pm 1^\circ$ sur les déplacements angulaires.

Le moteur a été remplacé par un autre, comportant deux sens de rotation et muni d'un compte-tour. Un tour complet de l'échantillon correspondait à 4 tours de l'axe de rotation du moteur, à raison de 16 unités par degré sur le compte-tour.

Le système de transmission de rotations, à l'intérieur du calorimètre a été remplacé par celui schématisé à la fig. 17 . Cette transmission se fait à l'aide d'un seul axe et deux engrenages (de précision) orthogonaux.

L'échantillon est collé sur un support S en araldite fixé au cadre AB CD, fig. 17 . Le cadre, lui même, est placé à l'intérieur d'une pièce cylindrique, C, en laiton. Celle-ci est maintenue en position par deux pivots se logeant dans des cavités pratiquées aux vis V.

La construction de ces composants a été particulièrement soignée. L'arête CD a servi de base pour l'orientation de départ des échantillons. La pièce cylindrique, C, possède une échelle circulaire constituée par des traits écartés de 2° sur une étendue de 360° . En se servant de l'échelle circulaire montrée à la fig. 8 , on a vérifié que la reproductibilité des déplacements angulaires de l'échantillon est $\pm 1^\circ$.

4-4 - Etalonnage du système de mesure

Considérons la valeur

$$\left(\frac{\partial T}{\partial H}\right)_{\text{exp}} = \frac{\Delta T_{\text{osc}}}{h_m} \quad (\text{page 34})$$

SYSTEME POUR
TOURNER UN ECHAN-
TILLON A BASSES TEM-
PERATURES

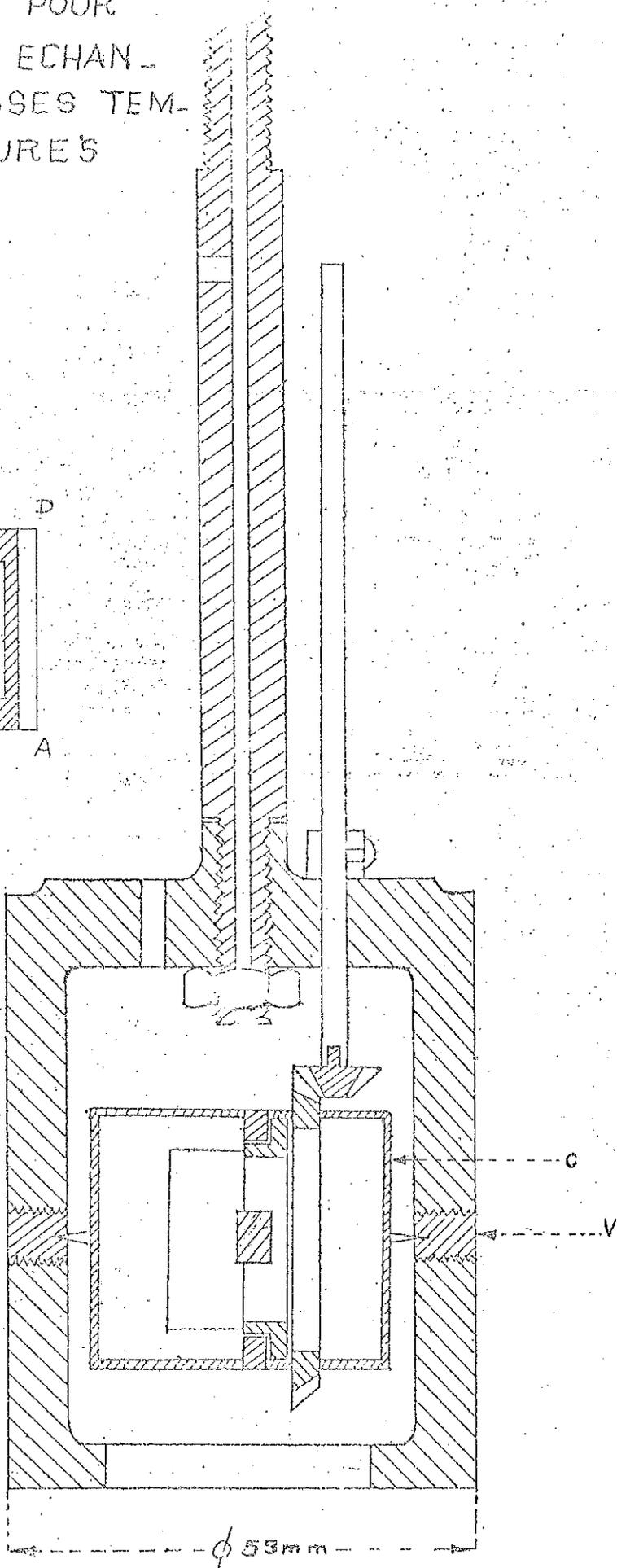
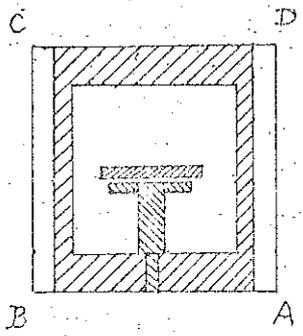


FIG. 17

On montre que le signal v_s est tel que

$$\left(\frac{\partial T}{\partial H}\right)_{\text{exp}} = \frac{v_s}{h_m i_{\text{th}} g \left(\frac{dR}{dT}\right)} \quad (8)$$

i_{th} - Courant alimentant le thermomètre

$\frac{dR}{dT}$ - sensibilité du thermomètre

g - gain du pont de mesure

On suppose que ce résultat expérimental est au moins proche et proportionnel à celui obtenu théoriquement à la fin du chapitre II,

Nous montrons comment chaque terme de est obtenu.

v_s est obtenu à l'enregistreur.

Pour la détermination de g nous avons utilisé le circuit représenté à la fig. 18.

Ici, v_e remplace le signal disponible, normalement, aux bornes de la résistance constituant le thermomètre. v_e a été maintenue fixe et plusieurs valeurs du gain de l'amplificateur bas niveau du pont ont été affichées. La courbe $g = \frac{v_s}{v_e}$ est représentée dans la fig. 19.

Une correction des valeurs de fréquence affichées à l'oscillateur a été effectuée à l'aide d'un fréquencemètre Ferisol HB 230, fig. 20.

Avec le thermomètre dont nous disposons, nous avons trouvé que la fréquence convenable est de l'ordre de 10 hz et cette valeur a été adoptée.

Pour la mesure de h_m une petite bobine de mesure ($\phi = 10$ mm, $h = 12$ mm) est placée à l'intérieur des bobines de champ et de celle de modulation. Dans le montage électronique, fig. 15, la bobine en question remplace le thermomètre collé à l'échantillon. On fait passer un courant alternatif de 1A, crête à crête, dans cette bobine. L'ensemble est plongé dans un bain d'hélium liquide. h_m peut s'estimer d'après la relation

MONTAGE POUR DETERMINER LE GAIN 9
DU PONT DE MESURES
(MODULATION)

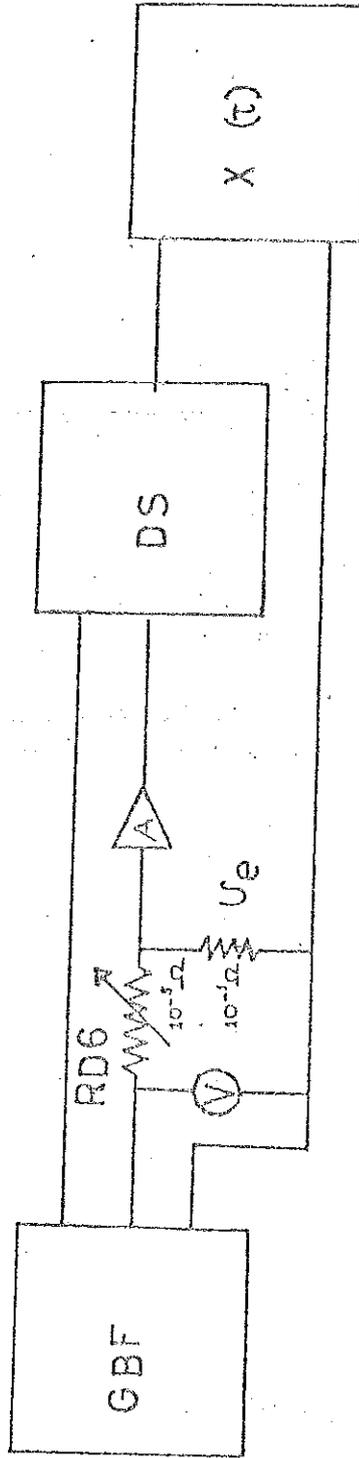
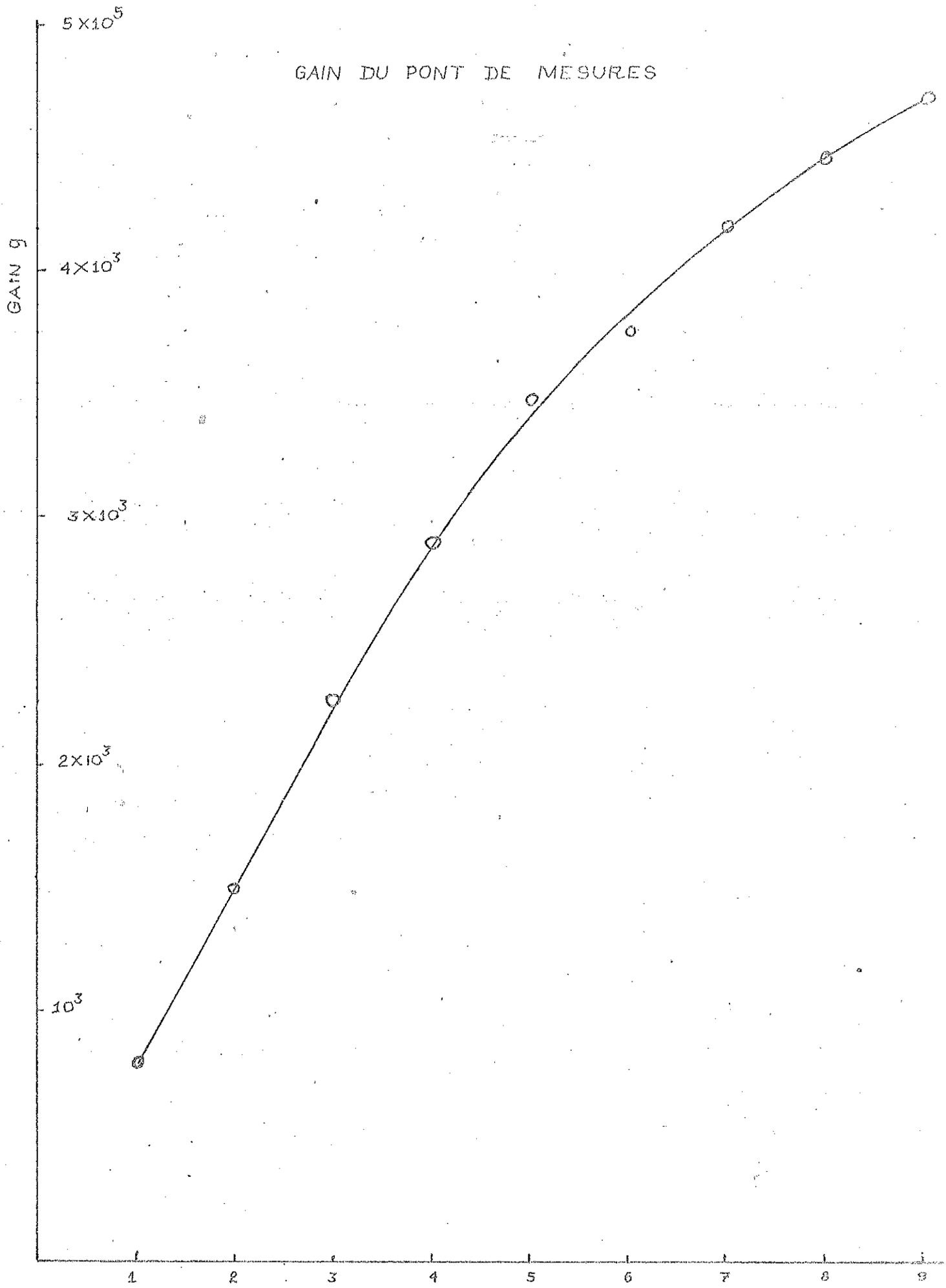


FIG. 18

GAIN DU PONT DE MESURES



GAIN DE L'AMPLIFICATEUR BAS NIVEAU

FIG. 19

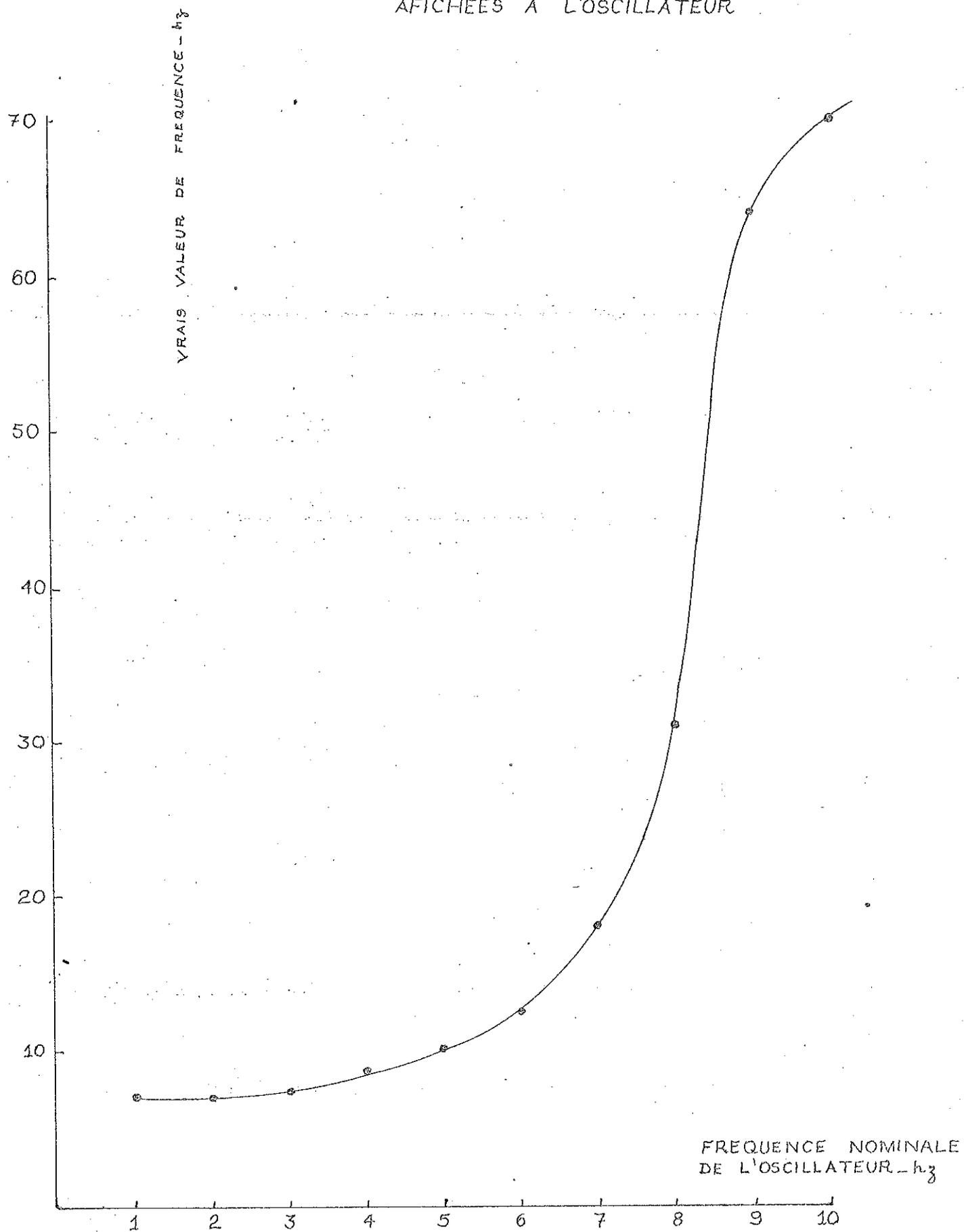
CORRECTION DES VALEURS DE FREQUENCE
AFICHÉES À L'OSCILLATEUR

FIG. 20

$$v_e = \frac{v_s}{g} = 10^{-8} 2\pi f h_m S$$

$$f = 10 \text{ Hz}$$

$$g = 2300$$

$$v_s = 36 \text{ mV}$$

$S = 29 \text{ cm}^2$ surface totale des spires de la bobine de mesure.

Dans ces conditions $h_m \approx 1$ oersted

La préparation du thermomètre a été réalisée suivant la méthode décrite au § 3-4 E. L'étalonnage a été fait contre la tension de vapeur de He^4 entre $1,4 \text{ }^\circ\text{K}$ et $2,0 \text{ }^\circ\text{K}$. Pour l'interpolation entre les points expérimentaux, on a utilisé la relation :

$$\frac{1}{T} = B + \frac{C}{\ln R} + A \ln R$$

La courbe caractéristique et la sensibilité sont représentées aux figures 21 et 22.

En utilisant, maintenant, la relation 8 la sensibilité du système de mesure de $\left(\frac{\partial T}{\partial H}\right)$ est obtenue. A titre d'exemple, nous présentons une valeur moyenne

$$\delta\left(\frac{\partial T}{\partial H}\right) \approx 2 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{K/Oe}$$

4-5 - Manipulation

Sur la fig. 23, apparaît une courbe de $\left(\frac{\partial T}{\partial H}\right)$ en fonction de $(1/H)$, obtenue avec un échantillon de graphite pyrolytique. Nous remarquons que les pics sont pratiquement équidistants.

C'est la pression d'hélium gazeux, à l'intérieur du calorimètre, qui détermine la valeur de τ_{BE} . La décroissance de la température de l'échantillon qui suit un bref apport de chaleur permet d'estimer

$$\tau_{BE} \approx 1 \text{ sec}$$

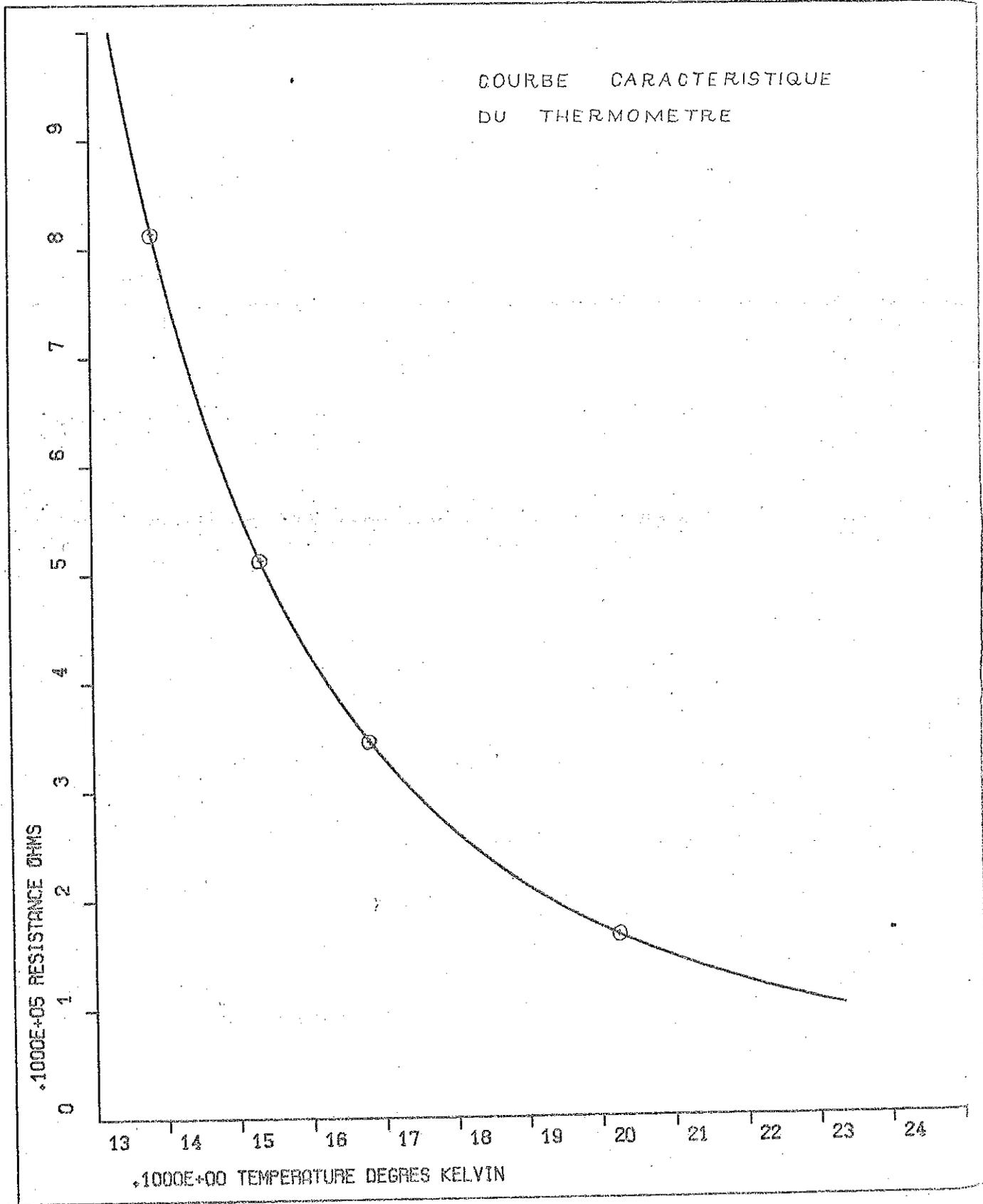


FIG. 21

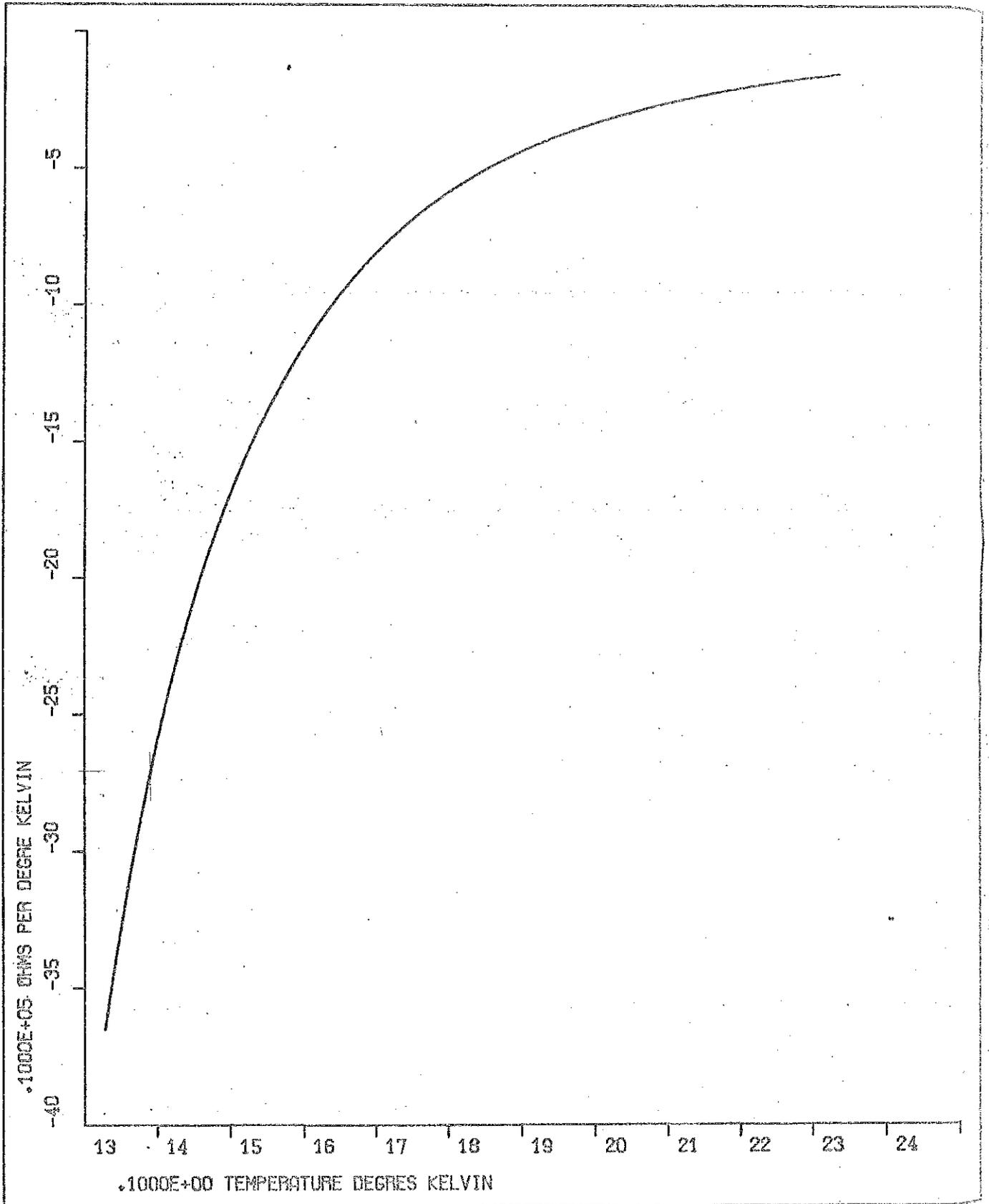


FIG. 22

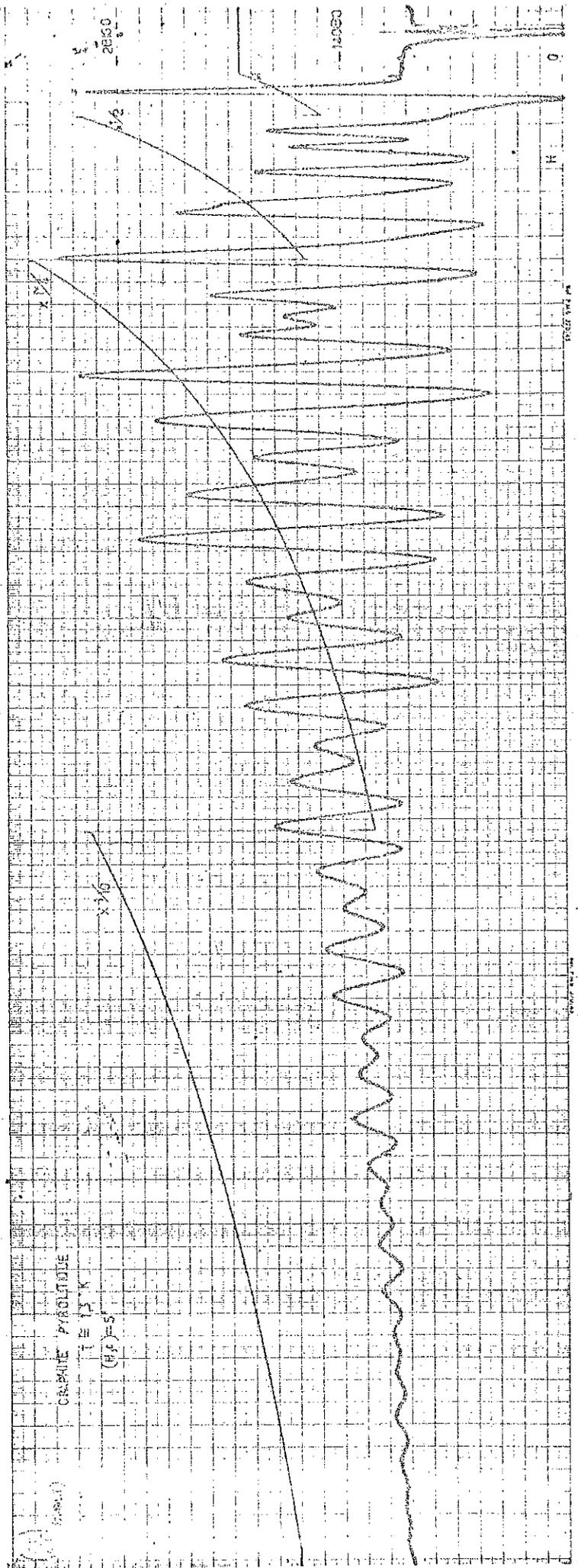


FIG. 23

Le gain du pont, qui peut atteindre $g = 4700$, a été limité à $g = 2300$ en raison de la sensibilité de l'enregistreur.

L'amplitude maximale des oscillations de température, avalisée d'après la relation $(\frac{\partial T}{\partial H})$ est de l'ordre de 10^{-3} °K. Le courant de $7\mu\text{A}$ qui alimente le thermomètre ne perturbe pas les mesures.

Ci-après, nous montrons un ensemble des valeurs des paramètres fixées lors de mesures.

Date : 22 - 2 - 73
 Echantillon : GRAPHITE PYROLITIQUE
 Orientation :
 Bobine : 880 Ω/A
 Température : $R_B = 30000 \Omega$
 Courant de Chauffage : $\approx 10 \text{ mA}$
 Courant R_{ech} : $7 \mu\text{A}$
 Gain ABN : 1 ; 3
 τ_e AMO : 1 sec
 Calibre AMO : 10V
 Niveau GBF : MAXIMUM
 Fréquence GBF : 5 Hz (a frichée)
 Phase DS : $\pi/2$; 3, 2
 Courant maximum : $\approx 24 \text{ A}$
 Vitesse de Balayage :
 Vitesse papier : 25 mm/mi
 Sensibilité R_{ech} : 100 mV
 Sensibilité courant bobine : 20 ; 50 ; 100
 200 mV
 $P' \approx 3 \times 10^{-4} \text{ mm Hg}$

4-6 - Analyse

Un échantillonnage est effectué en relevant des paires de valeurs

$$\left[\left(\frac{\partial T}{\partial H} \right)_i, H_i \right]$$

à chaque millimètre sur les courbes expérimentales, comme celle de la fig. 23.

Par interpolation, à l'ordinateur, 2^N paires équidistants on obtient

$$\left| \left(\frac{\partial T}{\partial H} \right)_j, \left(\frac{1}{H_j} \right) \right|$$

N dépend du nombre de points de départ. Une transformation de Fourier est effectuée sur ces 2^N points et on détermine l'intensité spectrale. Cela peut être effectué d'une manière optimale à partir du produit de convolution suivant

$$|(\Delta) * (f)|^2$$

Ici, f est une série trigonométrique à laquelle les données expérimentales sont adaptées. La forme de Δ est discutée en ref. 22.

Soit f de la forme

$$f(t) = \sum_k a_k \cos(\omega_k t + \phi_k)$$

$$\text{avec : } t = \frac{1}{H}$$

et

$$\omega_k = \frac{c h A_k}{e}$$

Une fois déterminées les fréquences nous pouvons obtenir les sections de la S.F. . .

CHAPITRE V

MESURES SUR DES ECHANTILLONS DE GRAPHITE PYROLITIQUE

5-1 - Propriétés et Préparation des échantillons

A. Graphite pyrolitique

Le graphite pyrolitique est un polycristal pour lequel les cristallites qui le constituent présentent un haut degré d'ordre selon l'axe C. Il est obtenu par pyrolyse d'hydrocarbures à 2100 °C, environ. La dispersion des axes C des cristallites peut être réduite par recuit à 3000 °C. Les qualités cristallographiques peuvent être améliorées par compression de l'échantillon à une compression perpendiculaire au plan de base, à une température supérieure à 2800 °C. (23)

Quelques caractéristiques de l'échantillon comparées à celles d'un monocristal (23)

Propriété	UNITE	POLYCR.	MONOCR.	INTER. DE TEMP.
DENSITE	g/cm ³	2,666	2,267	
Co	Å	6,710	6,708	
$\Delta\omega$ DISPERSION C	degré	0,4	
CONSTANTES ELASTIQUES	10 ¹¹ dyne/cm ²	C ₁₁ = 106 ± 2 C ₁₂ = 18 ± 2 C ₁₃ = 1,5 ± 5 C ₃₃ = 3,65 ± 0,1 C ₄₄ = 0,018 - 0,035	C ₁₁ = 116 C ₁₂ = 29,0 C ₁₃ = 10,9 C ₃₃ = 4,66 C ₄₄ = 0,01 - 0,17	
Conductivité thermique	Watt/cm°K	17 0,08	3-8 0,8	2-34 90-340
Dilatation thermique	°C ⁻¹	légèrement négatif 28 x 10 ⁻⁶	légèrement négatif (a) 28x10 ⁻⁶	300-1100
RESISTIVITE	Ohm x cm	4 x 10 ⁻⁵ 0,15	4 x 10 ⁻⁵ 0,01-1,0	1 - 300 1 - 300

Le rapport des résistivités à la température ambiante et à celle de l'hélium liquide est

$$\frac{\rho_{300^{\circ}\text{K}}}{\rho_{4,2^{\circ}\text{K}}} = 3$$

Les faces parallèles au plan de base, de l'échantillon en question, étaient bien définies et elles présentaient un bon aspect réfléchissant. Cette qualité a été utilisée dans l'opération d'orientation, en utilisant un cathétomètre pour le contrôle.

Dans le but de garder, autant que possible, les caractéristiques d'origine, l'échantillon a été découpé à l'aide d'une scie diamantée, l'ensemble refroidi à l'eau. Les dimensions finales ont été de l'ordre de $2 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$.

B. Graphite pyrolitique irradié aux neutrons

Cet échantillon a été fabriqué par la Société Carbone Lorraine et nous a été prêté par De Combarieu. Nous ne connaissons que les caractéristiques suivantes :

Dispersion de l'axe C	$\Delta\theta \approx 4^{\circ}$
Taux d'irradiation	$4 \times 10^{16} \text{ n/cm}^2$
N^D d'atomes de carbone déplacés par atome du réseau	10^{-4}

L'échantillon avait les mêmes dimensions que le précédent.

RESULTATS ET DISCUSSION

Graphite pyrolitique

La figure 23 représente un enregistrement de $(\frac{\partial T}{\partial H})_s$ en fonction de $\frac{1}{H}$, pour l'échantillon de graphite pyrolytique (cf. § 5.1 A). D'après l'analyse indiquée au § 4.6 les densités spectrales des OMT sont obtenues pour différentes orientations de l'axe c par rapport au champ magnétique appliqué, fig. 24. Trois fréquences différentes ont été mises en évidence pour chaque orientation. Nous utilisons les périodes correspondant à ces fréquences pour comparer nos résultats avec ceux obtenus par d'autres chercheurs ; leurs valeurs sont données dans le tableau IV. Les périodes représentées sur la fig. 25 coïncident avec celles attribuées aux porteurs majoritaires, § 1.2 ; celles apparaissant sur la fig. 28 semblent correspondre aux périodes les plus faibles représentées sur la fig. 4, donnée par Woollam⁽¹³⁾, voir § 1.3.

Allure de la S.F.

Nous avons déterminé l'allure de la région de la S.F. qui donne lieu à cette dernière période à partir de la fonction :

$$G(\theta) = \frac{P(0)}{P(\theta)} \cos \theta = \frac{A(\theta)}{A(0)} \cos \theta$$

Ici $A(\theta)$ est une section extrême de la S.F. par un plan perpendiculaire à H, θ étant l'angle que ce dernier fait avec l'axe c. En particulier, si elle prend la valeur 1, c'est un cylindre. La variation de cette fonction, représentée fig. 27, nous permet de tirer la conclusion suivante : l'allure de la S.F., pour les valeurs de θ étudiées, se rapproche d'un hyperboloïde de révolution (cf. fig. 5) dont $A(0)$ est la section minimale. Compte tenu

TABLEAU IV

θ°	$P_1(\theta) \times 10^{-5} \text{oe}^{-1}$	$P_2(\theta) \times 10^{-5} \text{oe}^{-1}$	$P_3(\theta) \times 10^{-4} \text{oe}^{-1}$
0	2,15	1,52	1,05
10	2,10	1,48	1,01
20	1,94	1,42	0,94
30	1,82	1,30	0,83
45	1,44	1,04	0,60
55	1,26	0,87	0,23
65	0,93	0,64	0,22

TABLEAU V

θ°	$P(\theta) \times 10^{-5} \text{oe}^{-1}$
0	1,99
15	1,92
25	1,88
30	1,46
40	1,36
45	1,36
55	1,18

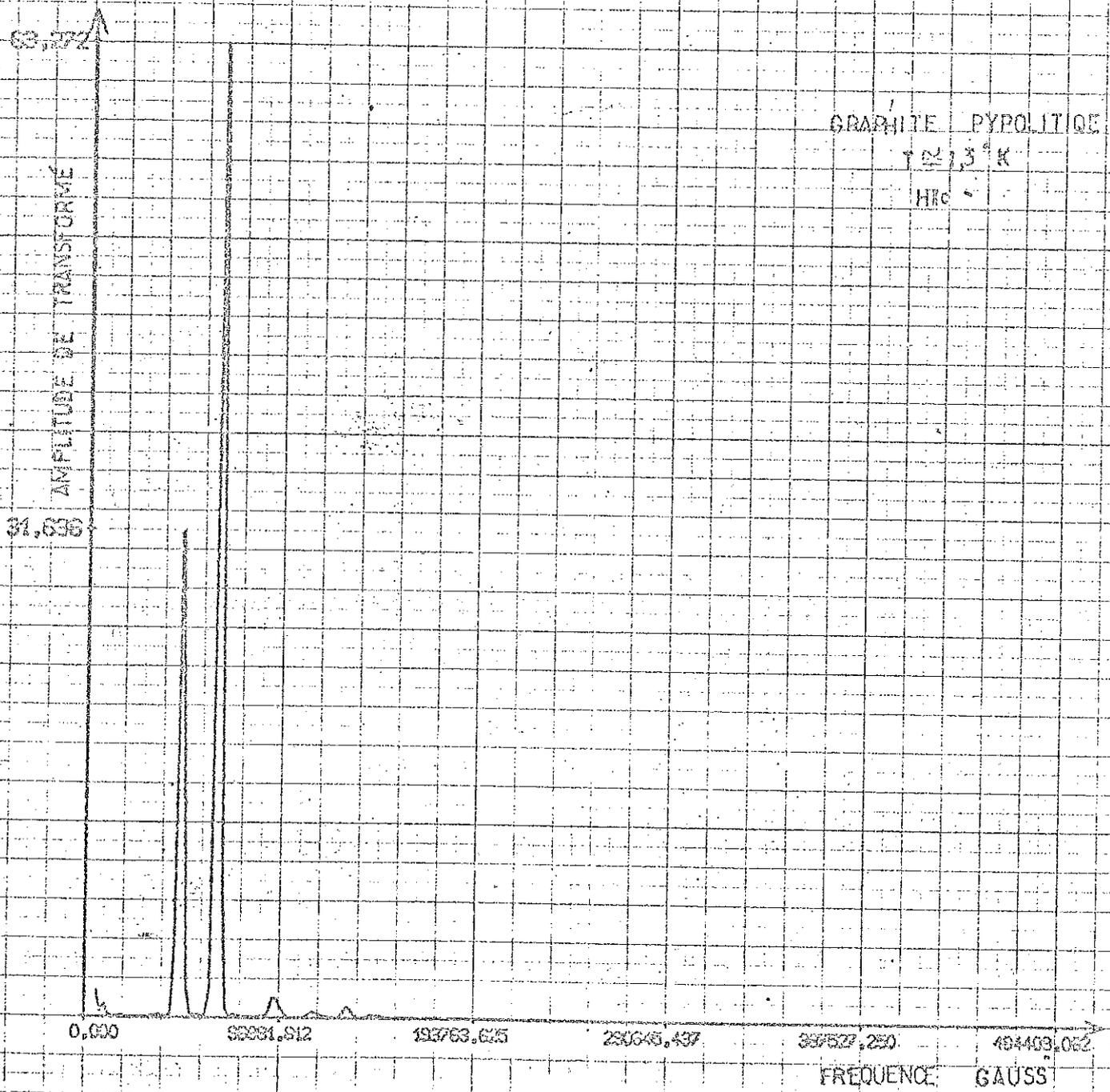


FIG. 24

PERIODE EN FONCTION DE
L'ANGLE (H,C)
PORTEURS MAJORITAIRES

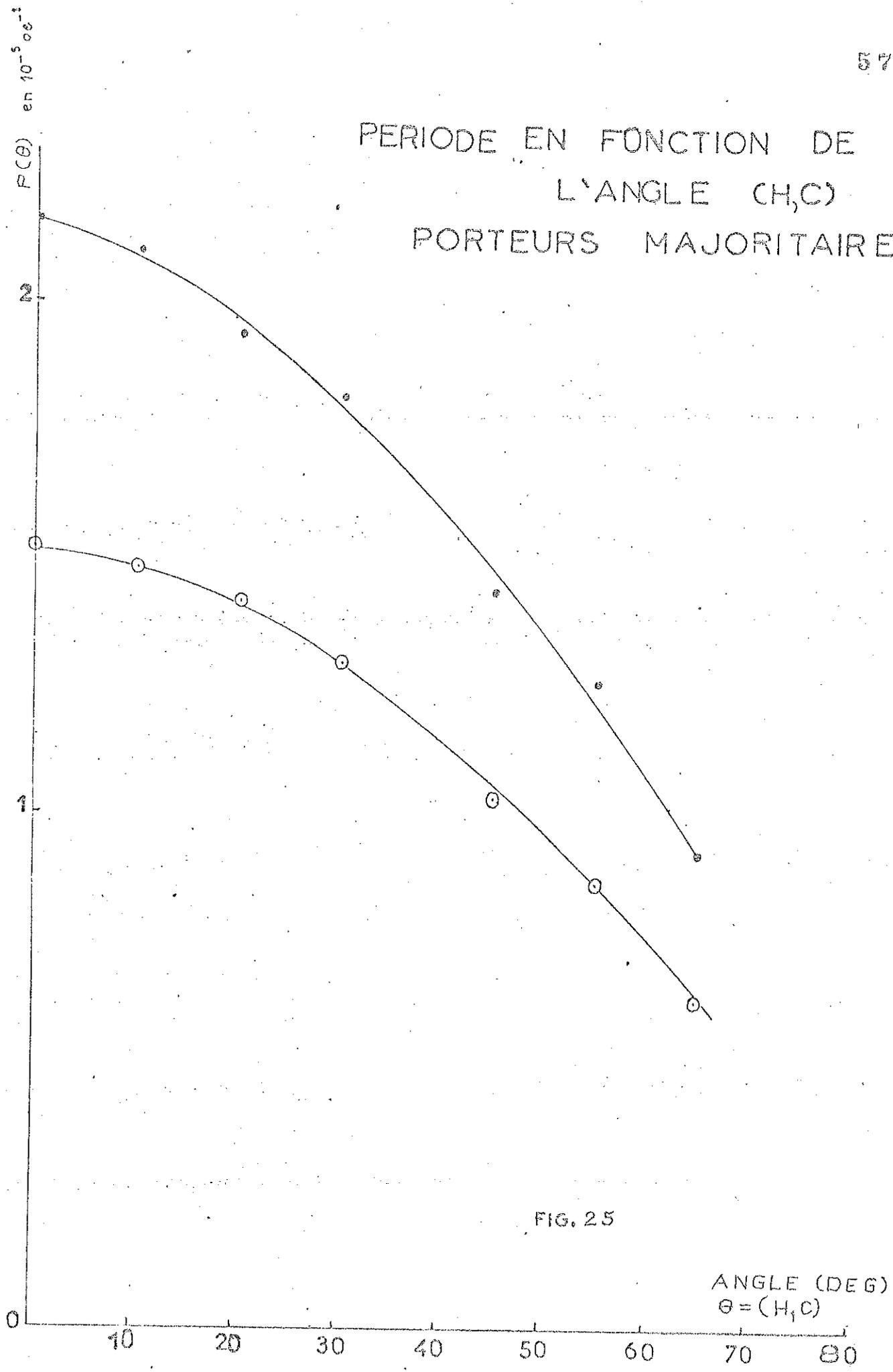


FIG. 25

ANGLE (DEG)
 $\theta = (H, C)$

MINORITAIRES
PÉRIODE EN FONCTION
DE L'ANGLE (H,C)

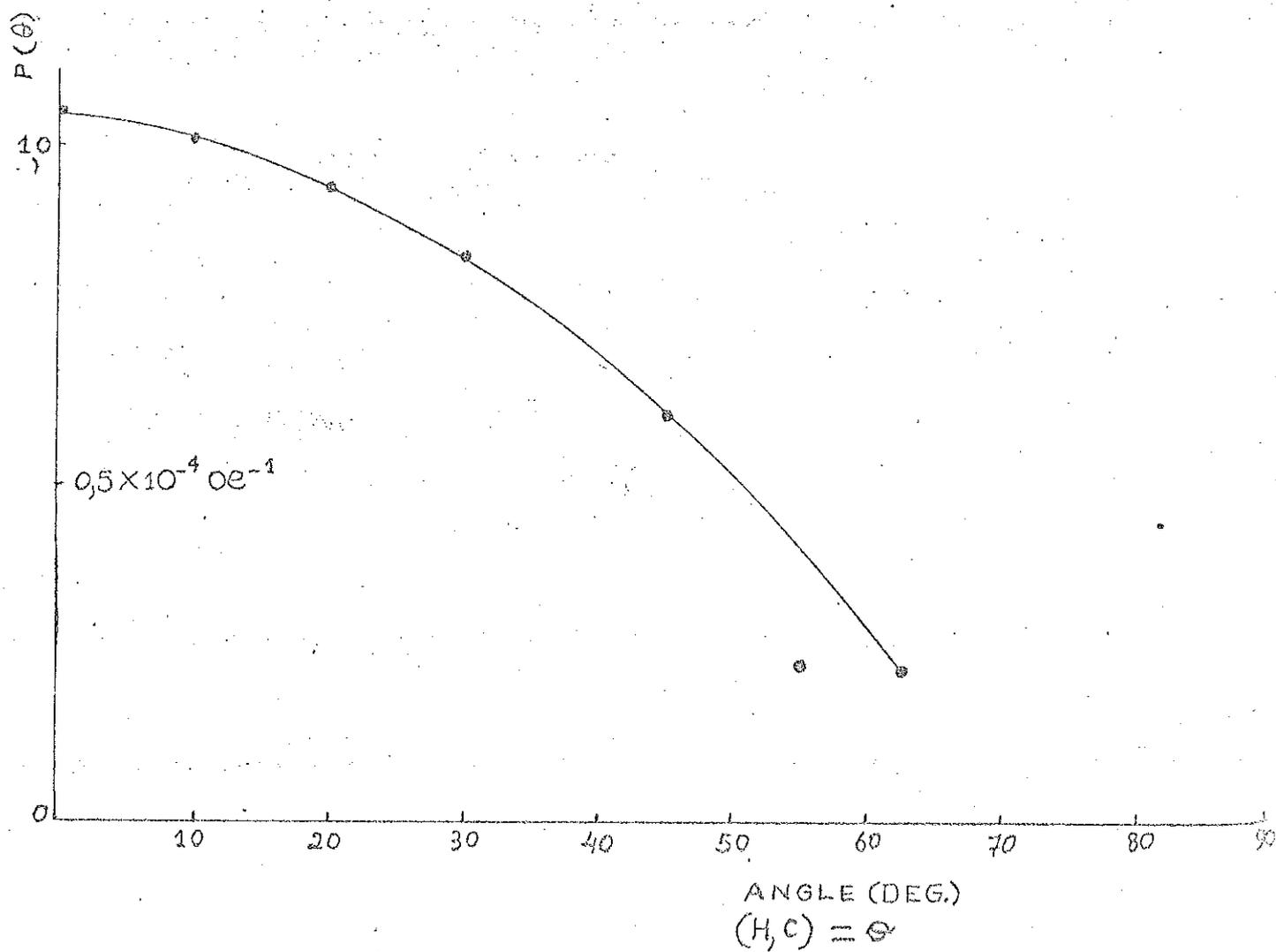


FIG. 26

MINORITAIRES
SECTIONS DE LA S.F. PAR UN
PLAN PERPENDICULAIRE A \vec{H}

2. $G(\theta) = \frac{A(\theta)}{A(0)} \cos \theta$

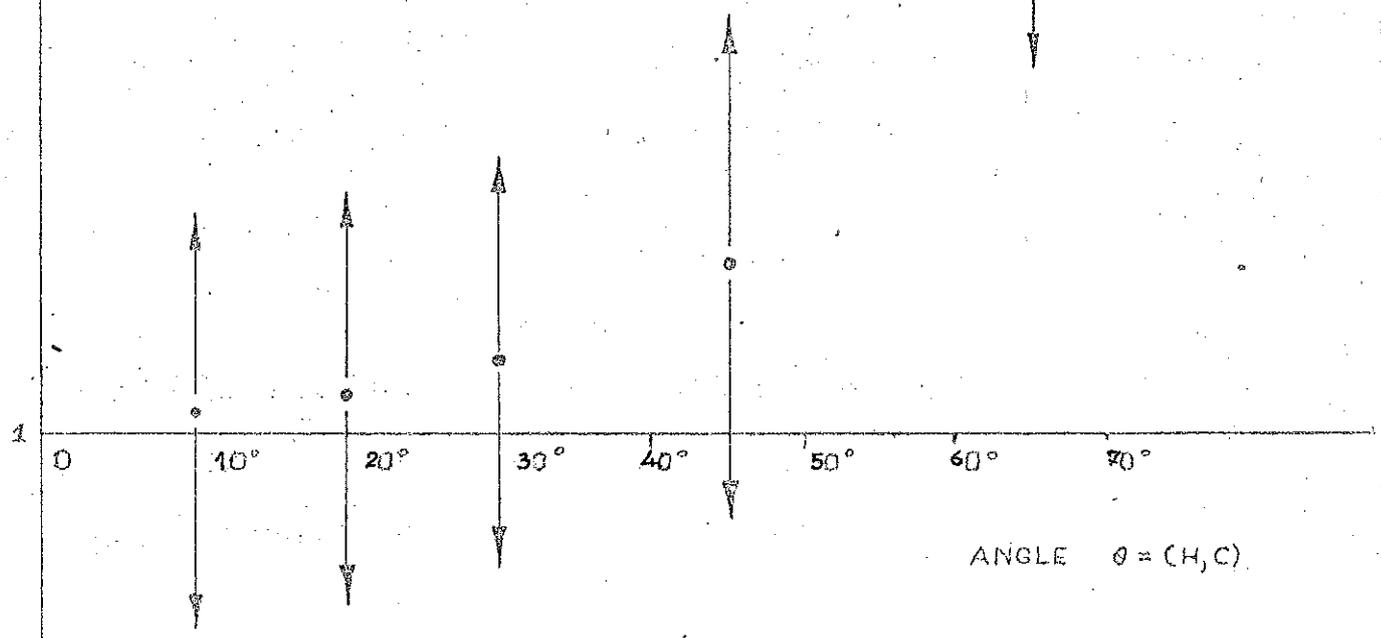


FIG. 27

des travaux précédents, il s'agirait, donc, de la région de la S.F. étudiée par Dresselhaus et Dresselhaus (14). A notre connaissance, une telle confirmation expérimentale n'avait pas encore été faite.

Estimation de Δ (voir page 5)

Comme nous avons vu au § 1.3, fig. 5, la S.F. au niveau du point H de la zone de Brillouin se dédoublerait. Selon la théorie décrite en référence 14, les écarts relatifs entre la valeur de la section initiale et les nouvelles sont données par

$$\frac{\delta A_0}{A_0} = \pm \frac{\lambda \Delta}{E_F(E_F - \Delta)} \quad (9)$$

avec

$\lambda = 2 \times 10^{-4}$ ev qui est la constante de dédoublement de spin.

$$A_0 = \frac{4 E_F(E_F - \Delta)}{3 a_0^2 \gamma_0^2} \quad (10)$$

correspond à une section sans interaction spin-orbite, d'après Slonczewski et Weiss et Mc Clure. Les valeurs de E_F , Δ et γ_0 sont données dans le tableau I et a_0 à la page

Compte tenu de la dispersion des valeurs trouvées pour Δ , nous évaluons $\frac{\delta A_0}{A_0}$ pour trois valeurs différentes de cette constante, voir tableau VI

Tableau VI

Source	Δ_{ev}	$\Delta A_0 / A_0$
Woollem (12)	0,009	$2,3 \times 10^{-3}$
Spain (1)	0,02	$3,9 \times 10^{-3}$
Spain(1)	0,1	$6,8 \times 10^{-3}$

Les écarts relatives sont inférieures aux erreurs correspondant à nos valeurs de $A(0)$. Nous écrivons, ainsi ,

$$A(0) \cong A_0$$

Il y a un bon accord entre les diverses valeurs attribuées à γ_0 , E_F et a_0 dans la littérature.

Il nous est apparu, alors, intéressant d'estimer Δ en utilisant notre valeur de $A(0)$, celles de γ_0 et E_F qui semblent peu douteuses et a_0 .

- La valeur obtenue est :

$$\Delta \approx 0,03 \text{ eV}$$

voisine de celle adoptée par Spain⁽¹⁾ (0,02 eV).

Graphite irradié

Une courbe d'enregistrement de $(\frac{\partial T}{\partial H})$, la densité spectrale correspondante et les valeurs des périodes en fonction de l'orientation de l'échantillon sont représentées sur les figures 28 29 et 30, respectivement. Les valeurs des périodes en fonction de l'orientation sont données dans le tableau V.

Nous n'avons pu déterminer qu'une seule période.

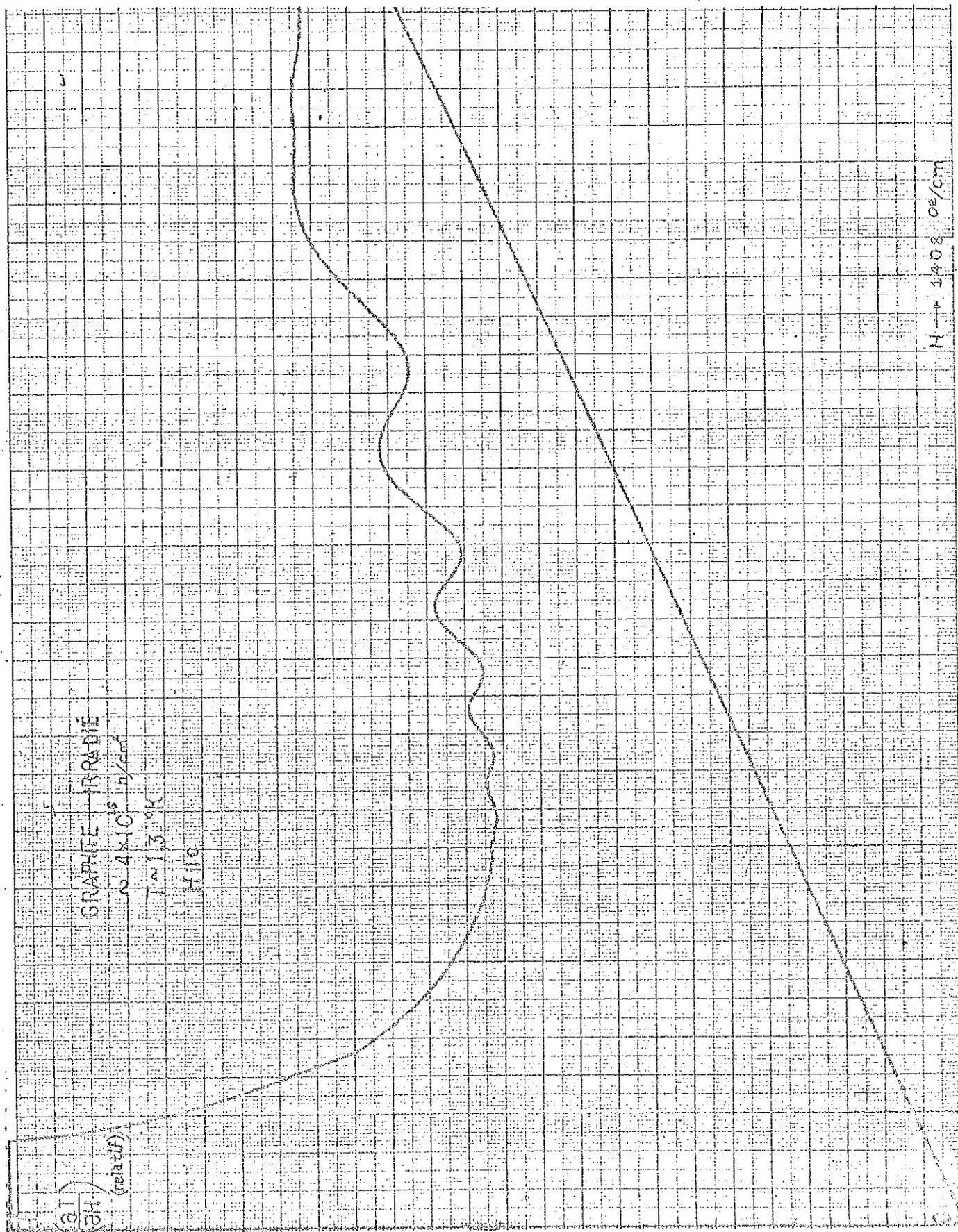


FIG. 28

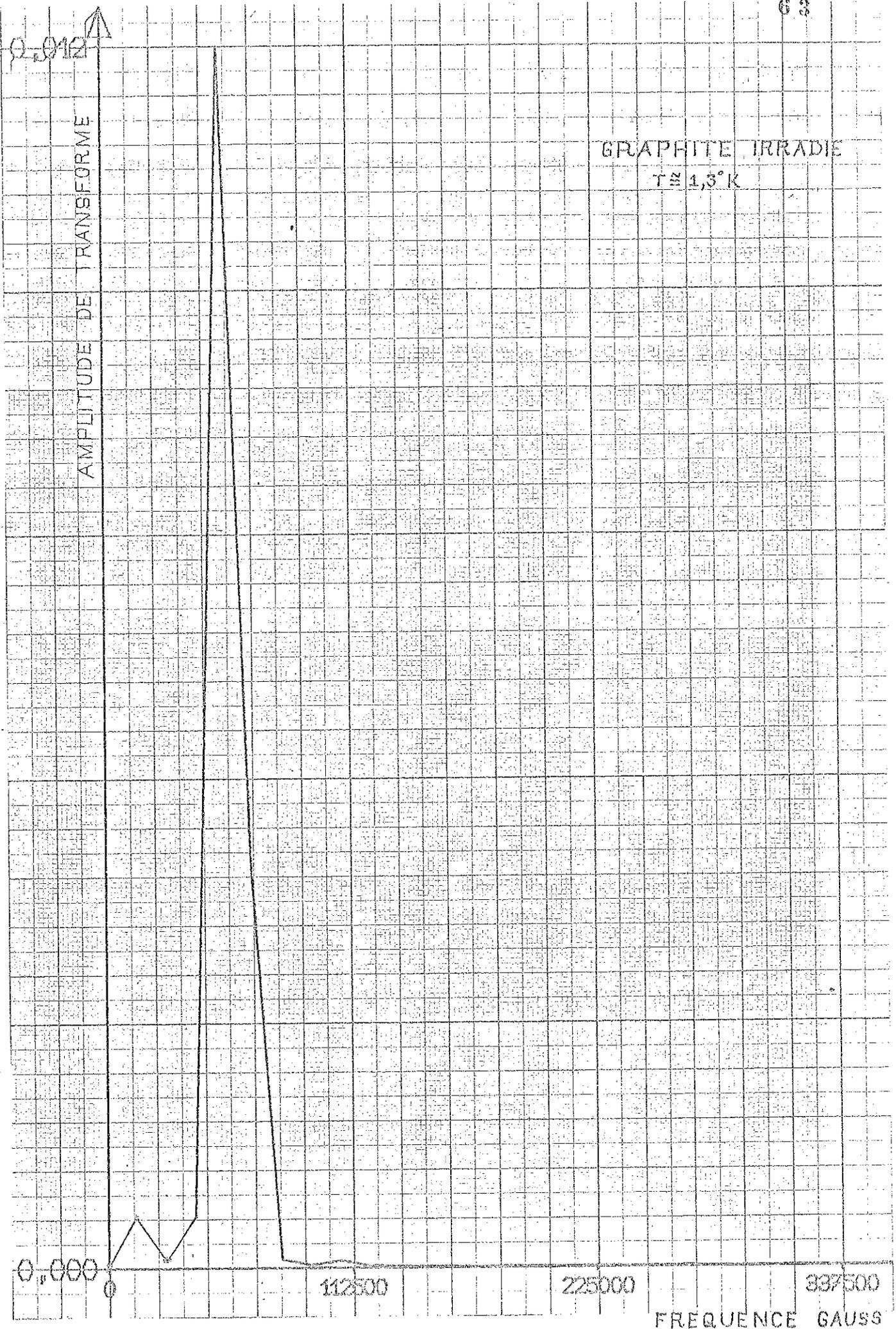


FIG. 29

GRAPHITE IRRADIÉ
PERIODE EN FONCTION DE
L'ANGLE (H,C)

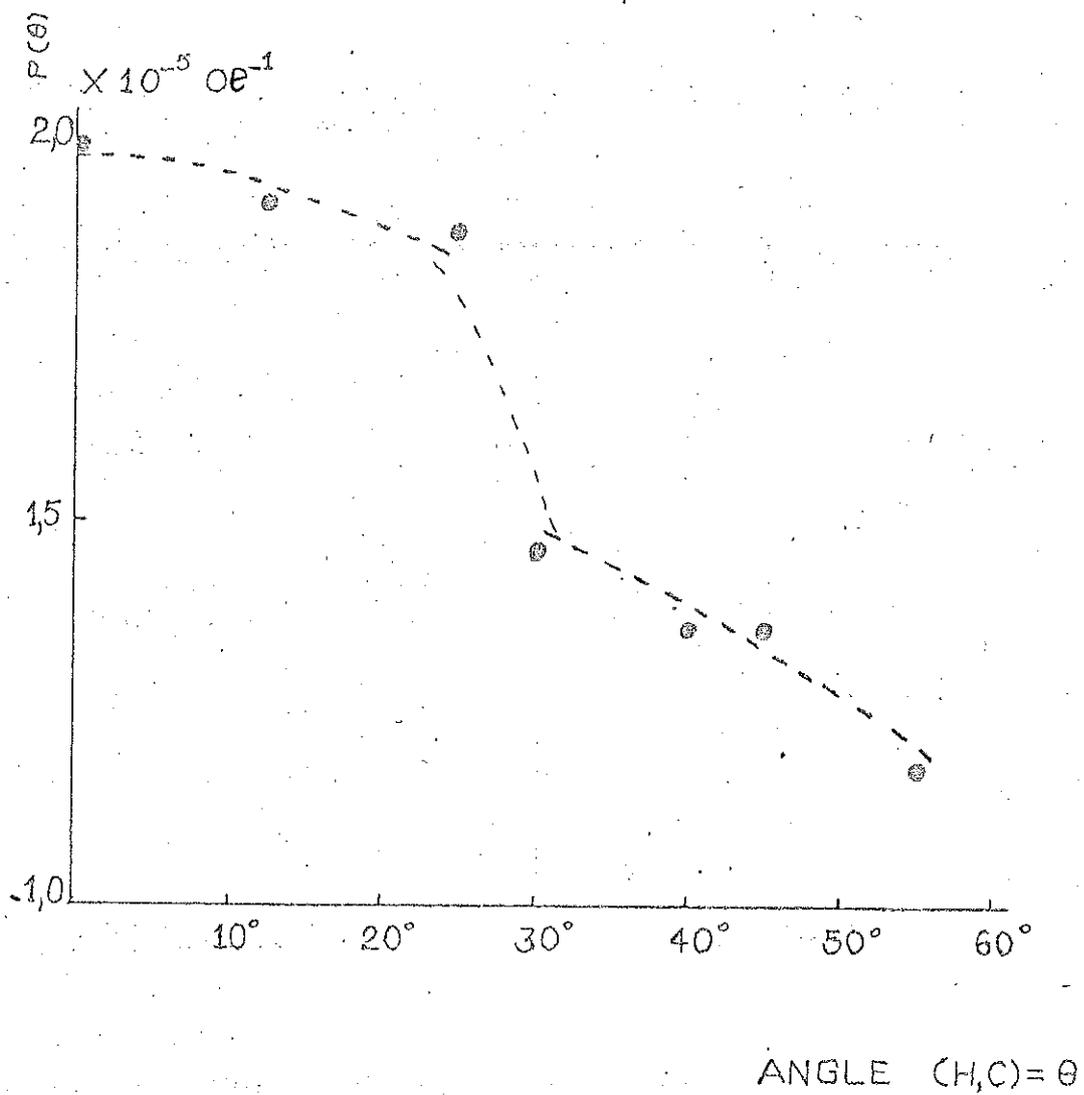


FIG 30

A propos, nous signalons que le nombre d'atomes déplacés par atome du réseau, § 5-1B est du même ordre de grandeur que le nombre d'électrons libres du matériau normal. Il est possible que les accepteurs d'électrons, produits par l'irradiation aux neutrons, aient, pratiquement éliminé les électrons libres de l'échantillon non irradié.

En ce qui concerne la courbe $P(\theta)$, fig. (30), on remarque un saut vers 25° . Les branches de part et d'autre de ce saut nous rappellent les courbes de $P(\theta)$ des porteurs majoritaires, fig. 27.

L'enregistrement de $\frac{\partial T}{\partial H}$, pour $H // c$ est à comparer avec les résultats de Cooper et al. (24). Entre autres, ils ont étudié quatre échantillons de graphite pyrolitique irradiés aux neutrons à des taux différents (avec $H // c$). Notre échantillon a subi une irradiation, à peu près, deux fois plus importante que le leur, le plus irradié. Malgré cela, il faut noter que le nombre de pics apparaissant dans notre enregistrement des O.M.T. est le double de celui qu'ils ont obtenu pour l'effet SdH.

D'autre part, l'analyse des résultats présentés en ref. (24) a été faite par ajustement à une expression générale de la forme des oscillations SdH. Comme il a fallu introduire six paramètres, les conclusions nous semblent douteuses. Comme nous l'avons déjà noté, nous n'avons trouvé qu'une seule fréquence, la méthode d'analyse, § 5.7, ne faisant intervenir aucun paramètre ajustable. Cependant, il ne faut pas oublier que le comportement de la S.F. n'est pas connu pour les taux d'irradiation plus grands que $2 \times 10^{16} \text{ n/cm}^2$. Il sera donc d'un grand intérêt d'entreprendre des mesures en fonction du taux d'irradiation.

CONCLUSION

Nous avons mis au point un dispositif expérimental permettant d'observer les oscillations magnétothermiques, en fonction de l'orientation.

A l'aide de ce dispositif nous avons étudié les oscillations magnétothermiques dans un échantillon de graphite pyrolytique de très bonne qualité.

L'analyse des résultats, par une méthode qui ne fait intervenir aucun paramètre ajustable nous a permis d'abord de confirmer le bon fonctionnement de notre appareil. En effet nos valeurs pour les deux sections maximales de la surface de Fermi sont en bon accord avec celles obtenues par d'autres méthodes.

Puis nous avons mis en évidence une section minimale de la surface de Fermi, qui est prévue par une théorie tenant compte du couplage spin-orbite. La valeur du paramètre Δ déduite de nos résultats est en bon accord avec celle citée dans des références récentes.

Un échantillon de graphite pyrolytique, fortement irradié aux neutrons, a été également étudié. D'une part nous n'avons trouvé qu'une fréquence. Apparemment ce résultat est en désaccord avec la conclusion de l'autre groupe qui a étudié de tels échantillons, par une autre méthode. D'autre part nos résultats mettent en évidence les avantages présentés par les oscillations magnétothermiques dans l'étude de la surface de Fermi.

REFERENCES

- 1 - I.L. SPAIN, "Chemistry and Physics of Carbon" - Chap. "The electronic properties of graphite" - vol 8 (1973)
- 2 - I.L. SPAIN, A.R. UBELLOHDE et D.A. YOUNG - Phyl. Trans. Roy. Soc. (London), A 262, 1128 (1967)
- 3 - J.W. M_C CLURE, Phys. Rev. 108, 612 (1958)
- 4 - J.C. SLONCZEWSKI, P.R. WEISS, Phys. Rev. 109, 272 (1958)
- 5 - D. SCHOENBERG, Phyl. Trans. Roy Soc. (London) 245, 1 (1952)
- 6 - S.J. WILLIAMSSON, S. FONER et M.S. DRESSELHAUSS, Phys. Rev. 140, A 1429 (1965)
- 7 - D.E. SOULE, J.W. M_C CLURE et L.B. SMITH, Phys. Rev. 134, A 453 (1964)
- 8 - P.R. SCHROEDER, M.S. DRESSELHAUSS et A. JAVAN, Phys. Rev. Letters 20, N° 23, 1292 (1968)
- 9 - P.R. WALLACE, Phys. Rev. 71, 622 (1947)
- 11- D.E. SOULE, IBM Journal, pg 288 juillet 1964
- 12- J.A. WOOLLAM, Phys. Rev. 4, B 3393 (1971)
- 13- J.A. WOOLLAM, Phys. Letters, vol 35, n° 5, 332 (1971)
- 14- G. DRESSELHAUSS et M.S. DRESSELHAUSS, Phys. Rev. 140, A 401 (1965)
- 15- A.R. MACKINTOSH, "International Centre for theoretical Physics"- "Theory of condensed matter" pg 783 (1968)
- 16- W. MERCOUROFF, " La surface de Fermi des métaux" ch V (1967)

- 16- W. MERCOUROFF, "La surface de Fermi des métaux" ch V (1967)
- 17- L. ONSAGER, Phys. Mag. 43, 1006 (1952)
- 18- I.M. LIFSHITZ, M. KOSEVITCH, Sov. Phys. JETP 2, 636 (1956)
- 19- D. SCHOENBERG- De Haas Van Alphen effect, "Lecture notes", Cours d'été, Suisse, (1970)
- 20- J.E. KUNZLER, F.S.L. HSU, W.S. BOYLE, Phys. Rev. 128, 1084 (1962)
- 21- S. NOGUCHI, S. SANUNA, Phys. Letters 24 A, 710 (1967)
- 22- A. EBERHARD, IEEE Transactions on Audio and Electroacoustics, vol. AU-21, n° 1, Fev. 1973
- 23- N.F. GRAVES, A.W. MOORE, S.L. STRONG- "9^{ème} Conf. Biannuelle sur le Carbone", Boston College, Massachussets (1969)
- 24- J.D. COOPER, J.P. SMITH, J. WOORE et D.A. YOUNG, J. Phys. C: Solid. St. Phys., 1970, vol.4
- 25- B.M. COMBE et G. SEIDEL PHYS. REV. 155, 633 (1967)

Dernière page d'une thèse

VU

Grenoble, le 17 avril 1974

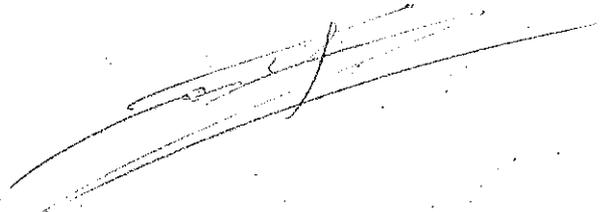
Le Président de la thèse

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'H. G. ...', written over a horizontal line.

Vu, et permis d'imprimer,

Grenoble, le

Le Président de l'Université
Scientifique et Médicale

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'J. ...', written over a horizontal line.